# MANUAL DE BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO









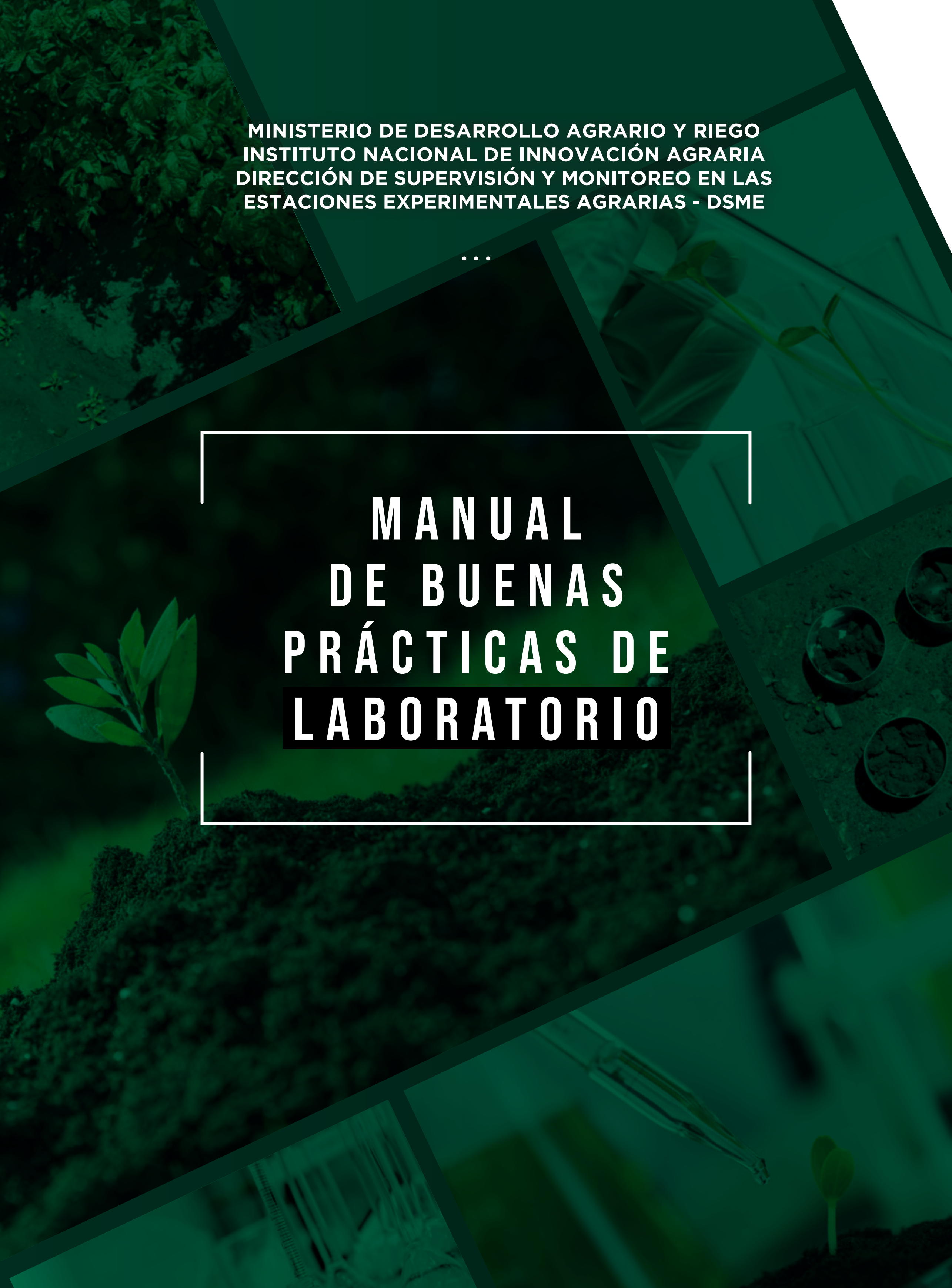











MINISTERIO DE DESARROLLO AGRARIO Y RIEGO
INSTITUTO NACIONAL DE INNOVACIÓN AGRARIA
DIRECCIÓN DE SUPERVISIÓN Y MONITOREO EN LAS
ESTACIONES EXPERIMENTALES AGRARIAS - DSME
MANUAL
DE BUENAS
PRÁCTICAS DE
LABORATORIO

## MANUAL DE BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO

**Ministro de Desarrollo Agrario y Riego**
Federico Bernardo Tenorio Calderón

**Viceministro de Desarrollo de Agricultura Familiar e Infraestructura Agraria**
José Alberto Muro Ventura

**Viceministra de Políticas y Supervisión del Desarrollo Agrario**
María Isabel Remy Simatovic

**Jefe del INIA**
Jorge Luis Maicelo Quintana, Ph. D.

**© Instituto Nacional de Innovación Agraria – INIA**

**Autores:**
Marieta Cervantes Peralta, M. Sc.
Lourdes Maribel Gutiérrez Rico, M. Sc.
Auristela Florencia Reynoso Zarate, Ing.
Jorge Canihua Rojas, M. Sc.
Edinson Eduardo López Galán, M. Sc.
Jesús Sixto Munarriz Aedo, M. Sc.
Irene Flores De Garay, Ing.
Beatriz Sales Dávila, D. Sc.
Juan Miguel Guerrero Lázaro, M. Sc.

**Editado por:**
Instituto Nacional de Innovación Agraria – INIA
Equipo Técnico de Edición y Publicaciones
Av. La Molina 1981, Lima – Perú
(51 1) 240-2100 / 240-2350
www.inia.gob.pe

**Revisión de contenido:**
Erick Stevinsonn Arellanos Carrión, M. Sc.
Melissa Rabanal Atalaya, D. Sc.

**Diseño y diagramación:**
Gino Aguilar Medina

**Publicado:**
Junio, 2021

**Primera Edición:**
Junio, 2021

**Tiraje:**
1000 ejemplares

**Impreso en:**
Instituto Nacional de Innovación Agraria - INIA
**RUC**: 20131365994
**Teléfono**: (51 1) 240-2100 / 240-2350
**Dirección**: Av. La Molina 1981, Lima- Perú
**Web**: www.inia.gob.pe

**ISBN:** 978-9972-44-076-2

Hecho el Depósito Legal en la Biblioteca Nacional del Perú N° 2021-06000.
Prohibida la reproducción de este libro por cualquier medio, total o parcialmente, sin permiso expreso.

# CONTENIDO

# PRESENTACIÓN

...

El Instituto Nacional de Innovación Agraria (INIA) es el órganismo técnico especializado adscrito al Ministerio de Desarrollo Agrario y Riego (MIDAGRI), que tiene por finalidad desarrollar ciencia, tecnología e innovación en materia agraria en veinticinco (25) estaciones experimentales agrarias distribuídas en todo el País. Entre sus funciones especializadas esta la producción de semillas, plantones y reproductores de alto valor genético, así como brindar servicios tecnológicos agrarios hacia los productores.

En este sentido, y con el objeto de entregar resultados de calidad exacta y precisa a los usuarios de nuestros servicios, se presenta el "**Manual de buenas prácticas de laboratorio**"; desarrollado en base al manual del Centro Nacional de Metrología (CENAM) de Querétaro en México. Asimismo, el documento recoge experiencias de los laboratorios de Suelos y Agua del INIA y adopta la Norma Técnica Peruana ISO/IEC 17025: 2017.

El manual describe procesos de seguridad laboral, operatividad y mantenimiento de instrumentos y equipos de laboratorio, para que nuestros profesionales del INIA adopten y tengan una herramienta de consulta técnica durante el proceso de análisis y obtención de resultados en suelos, aguas y tejidos que brinda nuestra institución.

**Jorge Luis Maicelo Quintana, Ph. D.**
Jefe del INIA



# AGRADECIMIENTOS

A los especialistas de los laboratorios de Suelos y Agua de INIA por su dedicación en la revisión y aportes incluidos en el presente manual, así como al equipo de la Dirección de Supervisión y Monitoreo en las Estaciones Experimentales Agrarias (DSME) y Subdirección de Investigación y Estudios Especiales de la (SDIEE) por su apoyo y contribución a mejorar la gestión de calidad en los laboratorios de servicios tecnológicos agrarios. Se agradece a las siguientes personas:

| | |
|---|---|
| Roberto Carlos Cosme De La Cruz, M. Sc. | DDTA. |
| Katia Mendoza Dávalos, Ing. | EEA Canaan. |
| Jorge Gutiérrez Gutiérrez, Tec. | EEA Arequipa. |
| Tulio Velásquez Camacho, Ing. | EEA Baños del Inca. |
| Jorge Luis Paz Urrelo, Ing. | EEA El Porvenir. |
| José Dante Bolivia Díaz, Ing. | EEA Vista Florida. |
| Daniel Vásquez Lino, Lic. | EEA Santa Ana. |
| Llasira Paredes Pérez, Ing. | EEA El Porvenir. |
| Luis Alberto Yanqui Ochavano, Tec. | EEA Pucallpa. |
| Mariela Rossynela Ramos Condori, Bach. | EEA Pichanaki. |
| Luis Braulio Ichpas Chahuaylacc, Ing. | EEA Pichanaki. |
| Antonio Amaro Sevilla Ruiz, Tec. | EEA Vista Florida. |
| Rafael Juan Calderón Espinoza, Ing. | EEA Donoso. |
| Juan Carlos Jaramillo Morales, Tec. | EEA Donoso. |
| Magali Cubas Leiva, Bach. | EEA Baños del Inca. |
| Selima Milagros Salcedo Mayta, Ing. | EEA Illpa. |
| Miriam Rocío Quispe Huincho, Ing. | DDTA. |
| Narda Cecilia Ortiz Morera, M. Sc. | DSME. |
| José Enrique Ferrer Noriega, Ing. | DSME. |
| Roiser Honorio Lobato Gálvez, M. Sc. | DSME. |
| Justo Venero Toyco, Econ. | DSME. |
| Francisco Escobar Cuadros, Ing. | DSME. |
| Jose Ángel Rojas Chávez, Ing. | DSME. |
| Diego Quispe Torres, M. Sc. | DSME. |
| Emilia Isabel Bejar Melgar, M. Sc. | DSME. |
| Juancarlos Alejandro Cruz Luis, M. Sc. | Director General de la DSME. |



# INTRODUCCIÓN

...

Las buenas prácticas del laboratorio (BPL) son un conjunto de procedimientos, reglas y prácticas establecidas para facilitar el trabajo cotidiano en el laboratorio y la solución a eventuales problemas y dificultades. Todos los requisitos mínimos deben ser documentados y habilitados de manera formal porque el correcto uso de un laboratorio es determinante para las normas de salud, asepsia y cuidado del medio ambiente. El contenido de las BPL ha sido elaborado por un comité interdisciplinario de profesionales del INIA y expertos en evaluar suelos y aguas a nivel de laboratorio.

Las BPL deben examinarse periódicamente para mantener criterios actualizados, por lo tanto, se detallan una serie de recomendaciones consideradas en el desarrollo de las buenas prácticas de laboratorio. Existe bibliografía especializada para cada una de las áreas de las mediciones analíticas y su desarrollo depende principalmente de las habilidades y de la experiencia de los analistas.

Este manual tiene por objetivo aplicar procedimientos para el trabajo en laboratorio cumpliendo con normas técnicas y de seguridad que aseguren la calidad en la determinación de los métodos de ensayo. Nos adecuamos a los lineamientos de la Norma Técnica Peruana ISO/IEC 17025: 2017 para su cumplimiento en parte de los laboratorios de ensayo.

Antes de empezar, se recuerda a los profesionales expertos y colaboradores de los laboratorios del INIA, la importancia de la organización y el conocimiento de sus competencias, apegadas al: “Procedimiento del personal y formación P-SGC-003” y el “Procedimiento de manipulación, uso y almacenamiento de equipos con código P-SGC005”.





# I

# FACTORES AMBIENTALES EN EL LABORATORIO

CAPÍTULO I

# FACTORES AMBIENTALES EN EL LABORATORIO

...

Los términos productividad, rendimiento, alto desempeño y eficacia laboral tienen un común denominador "ambiente de trabajo", que hace referencia a las condiciones físicas, técnicas, humanas y ambientales en las que un trabajador lleva a cabo sus funciones.

Los factores implicados en la calidad del ambiente interior de un laboratorio pueden ser de origen químico, biológico, físico y humanos, y todos ellos pueden proceder tanto de fuentes internas como externas de las instalaciones.

## 1.1. EL LABORATORIO

El ambiente de trabajo del laboratorio debe ofrecer una adecuada interrelación de los factores físicos, químicos, biológicos y humanos, para la obtención de un adecuado trabajo. Los factores que se deben tener en cuenta son:

A. **Factores sociales, por ejemplo:** promover un espacio libre de conflictos. De no cumplirse, deberá ser informado, analizado y reportado a las instancias correspondientes.
B. **Factores psicológicos, por ejemplo:** prevenir y reducir el estrés, el agotamiento, cuidado de las emociones, si esto se manifiesta deberá ser solucionado.
C. **Factores físicos, por ejemplo:** brindar condiciones de temperatura, calor, humedad, iluminación, circulación del aire, higiene, ruido. Si están fuera de rango deberán ser controlados.
D. **Factores químicos, por ejemplo:** prevenir riesgos de gases, humos, vapores, partículas en suspensión de diversa composición química que puedan ser dañinas. Si esto se observa deberá ser corregido.
E. **Factores biológicos, por ejemplo:** promover ambientes libre de hongos, bacterias y virus contaminantes. Caso contrario, se deberá descartar el material contaminado, desinfectar todos los materiales, así como el ambiente físico de trabajo.

### 1.1.1. Factores sociales

Se relaciona con el actuar de una persona hacia otra, que conlleve a afectar las emociones de todos los que trabajen en el laboratorio. Asimismo, por ambientes en mal estado, sucios o inhabitables, lo que conlleva a una disminución en la productividad, los conflictos de intereses en la cadena administrativa también es un factor determinante en la calidad del servicio, los cuales deben ser analizados para su corrección.

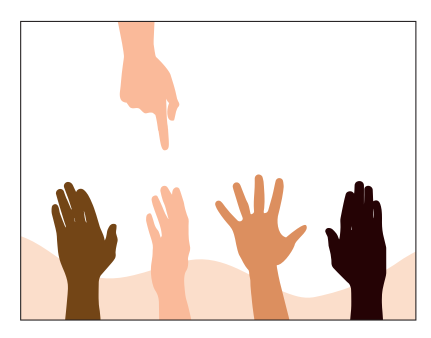


**Figura 1.** Conflictos.

### 1.1.2. Factores psicológicos

Relacionados a los temas de estrés en el trabajo, ya sea por una serie de reacciones físicas y psicológicas que ocurren cuando los trabajadores deben hacer frente a exigencias ocupacionales. Debe evitarse el maltrato psicológico por parte de la cadena jerárquica interna o externa del laboratorio. Los ambientes deben estar libres del síndrome de agotamiento profesional Burn Out, o también conceptualizado como cansancio emocional, que lleva a una pérdida de motivación que suele progresar hacia sentimientos de inadecuación y fracaso, el síndrome tiene manifestaciones conductuales, actitudinales y psicosomáticas todos estos factores sumados conllevan a la disminución de productividad, calidad y rendimiento.



**Figura 2.** Estrés en el trabajo.

*Fuente: https://www.codigosanluis.com/taller-enfrentar-burnout-sindrome-cansancio/*

### 1.1.3. Factores físicos

Uno de los factores más importantes en un sistema analítico que afecta directamente a las mediciones y como consecuencia a los resultados son los riesgos físicos conceptualizados como factores ambientales que dependen de las propiedades físicas de los cuerpos y sus instalaciones físicas disponibles en el laboratorio. Se tienen involucrados dos principios generales, un medio ambiente apropiado para la operación óptima del equipo e instrumentos y el medio ambiente apropiado para el desempeño óptimo de los empleados, que en su conjunto forman el "ambiente laboral".

Dentro de los factores físicos para la operación óptima de los equipos e instrumentos de laboratorio, que deben considerarse son los siguientes:

**A.** Temperatura.
**B.** Humedad relativa.
**C.** Vibraciones.
**D.** Ruido.
**E.** Iluminación y servicio eléctrico.
**F.** Ventilación y calidad de aire.

#### A. Temperatura

- La temperatura no sólo afecta al volumen de la reacción química sino también su velocidad. Debe considerarse la medición de la temperatura al momento de una medición en el laboratorio para evitar la alteración de los resultados.

- El laboratorio requiere de condiciones estables de temperatura para que los instrumentos del laboratorio funcionen de manera adecuada y las mediciones analíticas que en el laboratorio se realicen no sean afectadas. Es importante consultar los manuales de operación de los instrumentos para verificar las condiciones de temperatura sugeridas por el fabricante de cada instrumento de medición para su óptimo funcionamiento.

- Usualmente, un control de temperatura dentro de un intervalo de ± 3 °C es normal y el control de temperatura de ± 1 °C es común en laboratorios en los que se realizan mediciones químicas de alta exactitud, algunas veces aplicadas a fracciones de masa a niveles de trazas en µg/kg. Las fluctuaciones de la temperatura generalmente afectan a algunos instrumentos analíticos y existen casos donde afectan a las muestras durante su proceso de preparación.

- Es más fácil controlar la estabilidad de la temperatura cuando los laboratorios estén localizados físicamente en el centro del edificio, ya que las zonas que se encuentran en contacto con las paredes externas del edificio pueden cambiar drásticamente la temperatura en un tiempo corto.

- Debido a que los equipos de alta gama como el espectrofotómetro de absorción atómica de flama o con horno de grafito pueden llegar a emanar calor en grandes cantidades dentro del laboratorio, es importante que al diseñar el aire acondicionado se considere la presencia de estos, para compensar las variaciones de temperatura.

- Las ventanas y aire fresco afectan el control de temperatura, por lo que no son convenientes en el diseño del laboratorio. Las puertas que se abren en corredores que no tienen aire acondicionado o temperatura controlada no son recomendables cuando hay instrumentos que requieren un estricto control de temperatura, por lo que el contar con aire acondicionado con un control estricto de temperatura, será necesario para poder lograr la estabilidad de los instrumentos.

## B. Humedad relativa

- La humedad relativa del ambiente debe mantenerse en 45 ± 5%, estando el límite inferior definido por cuestiones de bienestar humano y el límite superior para evitar la corrosión de los metales por condensación de la humedad.

- Los niveles altos de humedad relativa afectan la óptica de ciertos equipos.

- Cuando se junta la presencia de vapores corrosivos y humedad relativa alta se acelera la corrosión de la electrónica sensible de los equipos, así mismo, algunas sustancias higroscópicas absorberán la humedad del medio fácilmente cuando los niveles de humedad sean altos.

- Los niveles bajos de humedad relativa en el laboratorio producirán cargas estáticas, las cuales son nocivas para el equipo electrónico.

- Niveles de humedad relativa bajos hacen difícil el manejo de algunos solventes y muestras sólidas ya que éstos adquieren carga estática.

- En la mayoría de los manuales de operación de los instrumentos se recomienda mantener un intervalo de 40 a 60% de humedad relativa en el laboratorio. Es conveniente consultar el manual del instrumento instalado en el laboratorio, para verificar las condiciones de humedad relativa recomendada para el óptimo funcionamiento del instrumento.

## C. Vibraciones

- Vibración es todo movimiento oscilatorio de un cuerpo sólido respecto a una posición de referencia.
- Las vibraciones se caracterizan por su frecuencia y amplitud. La frecuencia, se define como el número de veces por segundo que se realiza el ciclo completo de oscilación, se mide en Hertz, Hercios o ciclos por segundo y, la amplitud, que es la distancia entre la posición de la partícula que vibra y su posición de reposo.
- Las vibraciones de los refrigeradores, sistemas de ventilación y otros equipos que producen vibraciones pueden afectar la precisión de una determinación analítica, por ejemplo, balanza analítica, dado que el tamaño de la muestra es realmente pequeño, la menor vibración puede reorganizar, desplazar o derramar la muestra, lo que afecta la cantidad de material disponible para la medición, así como su distribución en la balanza.
- Estas interrupciones pueden requerir la recalibración del balance analítico, lo que puede significar la pérdida de tiempo y dinero de los esfuerzos de investigación pertinentes.

## D. Ruido

- El ruido se define como un sonido no deseado, es uno de los contaminantes más ampliamente presentes en el mundo del trabajo.
- El sonido es producido por una serie de variaciones de presión en forma de vibraciones, que se propagan a través de los sólidos, líquidos y gases, como por ejemplo el hormigón, agua y aire. Estas ondas vibratorias llegan a nuestro oído y son interpretadas como un sonido.
- La exposición de intervalos prolongados al ruido causa problemas de comunicación, disminución de la capacidad de concentración, somnolencia, alteraciones en el rendimiento laboral, sordera, taquicardia, aumento de la tensión arterial, trastornos del sueño, entre otros.

## E. Iluminación y servicio eléctrico

- Referida a la cantidad de luminosidad que se presenta en el sitio de trabajo. Los estándares de iluminación se establecen de acuerdo con el tipo de tarea visual que el trabajador debe ejecutar: cuanto mayor sean los detalles, más necesaria será la luminosidad.

- Una iluminación inadecuada en el trabajo puede originar fatiga ocular, cansancio, dolor de cabeza, estrés y accidentes.

- Antes era común que los niveles de luz estuvieran en el rango de 100 a 300 lux durante las actividades comunes. Hoy en día, dicho rango se encuentra entre 500 a 1000 lux dependiendo de la actividad. Para trabajos de mayor precisión y detalle, el nivel de luz puede incluso estar entre los 1500 a 2000 lux.

- El servicio eléctrico en Perú es de 220 VAC a 60 Hz en fase monofásica y trifásica, para el laboratorio el servicio es comúnmente a 110 y 220 V y los requisitos de corriente son mucho mayores, de 15 a 20 A.

- Algunos instrumentos necesitarán circuitos exclusivos para éstos, por ejemplo, un horno grande requiere 50 A y 220 V, por lo que es importante antes de adquirir el instrumento, consultar al proveedor para conocer las condiciones adecuadas de instalación eléctrica o en el caso que ya se tenga el equipo, consultar el manual de instalación/operación, para verificar que las condiciones de instalación eléctrica sean las adecuadas.

- Los laboratorios requieren de circuitos múltiples para prevenir interacciones entre circuitos.

- Los instrumentos modernos son mucho más sensibles a la presencia de interferencias en la línea AC (corriente alterna), por lo cual para este tipo de instrumentos se recomienda el uso de varios supresores de ruido en la fuente; por ejemplo, instrumentos de radio frecuencias y de ser necesario otro tipo de supresores de ruidos o suplementarios de emergencia particularmente para instrumentos sensibles. Un ejemplo de este tipo de equipos serían instrumentos tales como el Espectrómetro de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-AES), este equipo genera grandes cantidades de radio frecuencias u otro ruido eléctrico que es trasmitido a través de líneas eléctricas que puede afectar otros equipos conectados bajo la misma línea.

- Los equipos electrónicos necesitan una tierra física verdadera para su estabilidad, por lo que es recomendable el verificar que la puesta a tierra de los equipos se encuentre funcionando correctamente de acuerdo con lo que marca el manual de operación de dicho instrumento.

- Se deberán considerar los intervalos de variación de tensión eléctrica permitidos para los diferentes equipos con que cuenta el laboratorio.

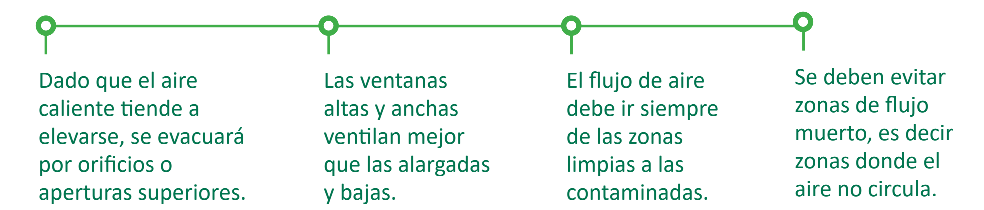
## F. Ventilación y calidad del aire

- La ventilación o renovación periódica del aire en el interior ayuda a mantener un ambiente más limpio y contribuye a incrementar el confort y bienestar durante el desarrollo de la actividad del laboratorio.

- La ventilación puede ser natural o forzada mecánicamente como, por ejemplo, mediante ventiladores, aire acondicionado, difusores de viento, aunque, siempre que sea posible, se debe utilizar ventilación natural.

- La renovación mínima del aire de los lugares de trabajo será de 30 metros cúbicos de aire limpio por hora y por trabajador, en el caso de trabajos sedentarios en ambientes no calurosos ni contaminados por humo y de 50 metros cúbicos, en los casos restantes, a fin de evitar el ambiente viciado y los olores desagradables.

La distribución de las ventanas debe atender a los siguientes principios:




- Las necesidades de ventilación dependerán del tipo de análisis que en él se realicen. Por ejemplo, en el caso de los laboratorios de preparación de muestras se requieren de 20 a 30 cambios de aire/hora para cumplir con las normas de seguridad, esto es debido a que los niveles de vapores tóxicos y residuos producidos en ellos pueden llegar a ser muy altos.

- El reciclar el aire en un laboratorio no es conveniente, ya que en él se trabaja con gases especiales y las muestras pueden producir vapores tóxicos, produciéndose contaminantes los cuales no serán eliminados del medio si el aire es reciclado y esto producirá un factor de alto riesgo en la salud física de las personas que operan en el laboratorio.

- En los laboratorios donde se realizan las preparaciones de muestra, tales como una disolución, digestión, extracción, entre otros ensayos, normalmente se generan vapores químicos, los cuales pueden ser tóxicos, por este motivo estos procesos debes ser realizados en campanas de extracción de vapores. Los laboratorios de preparación de muestra deben contener al menos una campana de extracción, que permita extraer los vapores químicos generados como resultado de los procesos involucrados en la digestión y preparación de soluciones.

- En el caso de aquellos laboratorios que realizan análisis de analitos a niveles de contenidos bajos, es recomendable tomar en cuenta la calidad de aire del laboratorio, sobre todo si el laboratorio está situado en una zona donde los niveles de contaminación por los analitos a nivel de trazas a medir puedan afectar el análisis. Para este caso en particular, se recomienda seleccionar la calidad requerida de aire en el laboratorio, en base a la selección de un sistema de aire acondicionado que nos permita la obtención de una calidad adecuada.

- A las áreas o laboratorios que mantienen un control de limpieza en el aire se les llaman áreas limpias o cuartos limpios.

- Se recomienda tomar en cuenta que, la Organización de Normas Internacionales (ISO) ha emitido la norma ISO 14644; y en la parte 1: especifica la clasificación de la pureza del aire en términos de concentración de partículas en el aire en salas y zonas limpias, así como en dispositivos de separación (aisladores).

### 1.1.4. Factores químicos

El grupo de factores de riesgo químico lo componen todas aquellas sustancias químicas, que en condiciones normales de manejo pueden producir efectos nocivos en las personas expuestas.

Dentro de los factores químicos para la operación óptima de los equipos e instrumentos de laboratorio, que deben considerarse son los siguientes:




Orgánicos
POR SU ORIGEN:
Inorgánicos


Corrosivos
Cancerígenos
Irritantes
Productores de neumoconiosis
POR SUS EFECTOS EN LA SALUD
Sensibilizantes
Tóxicos reproductivos
Asfixiantes
Tóxicos sistémicos

### 1.1.5. Factores biológicos

Se define el factor de riesgo biológico como la posible exposición a microorganismos que puedan dar lugar a enfermedades, motivada por la actividad laboral.

Clasificación según especie:

- Virus
- Hongos
- Parásitos
- Bacterias

## 1.2. SEGURIDAD EN LABORATORIO QUÍMICO

La seguridad es una parte muy importante en los laboratorios analíticos debido a que, en ellos, el personal que labora se encuentra expuesto a sustancias químicas que pueden afectar de manera leve o severa la salud del personal.

### 1.2.1. Consideraciones generales de seguridad

El funcionamiento adecuado del laboratorio está sujeto al cumplimiento de las siguientes normas:

- El trabajador ingresará al laboratorio con guardapolvo blanco de manga larga. Es indispensable portar guardapolvo correctamente abotonada y guardar el comportamiento apropiado durante el periodo laboral en el laboratorio.

- El laboratorio debe contar con la señalización adecuada de las formas prohibitivas, informativas u obligatorias que cada trabajador, proveedor o visitante deben respetar.

- El trabajador se familiarizará con los sitios en donde se encuentran localizadas las duchas de seguridad y lava ojos, extinguidores y botes de basura.

- En ningún momento se permitirá la aplicación de cosméticos, fumar y/o ingerir alimentos dentro del laboratorio.

- Tomar la postura más cómoda para trabajar correctamente con el fin de tener el control y precisión de los movimientos durante el uso de materiales, equipos y reactivos.

- Limpiar las mesas de trabajo antes y después de cada análisis, así también durante el proceso si se ha derramado algún reactivo o muestra.

- Para evitar quemaduras, se deberán apagar mecheros y/o planchas calientes cuando éstos no se utilicen. Así también, se deberán emplear gradillas o pinzas para sostener o transportar tubos calientes.

- Mantener las sustancias químicas inflamables alejadas de fuego, planchas calientes, u otra fuente de calor.
- No se deberá olfatear y/o probar reactivos o soluciones de forma directa.
- Utilizar guantes de nitrilo y gafas de seguridad cuando se manejen ácidos, bases y sustancias desconocidas.
- Utilizar perilla o pipetas automáticas para la medición de los líquidos corrosivos, ácidos, bases, sustancias volátiles, venenos, entre otros. No aspirar con la boca.
- Evitar agregar agua sobre ácidos para prevenir quemaduras por proyección. Para diluir cualquier ácido, se vierte el ácido sobre el agua y nunca, al revés. Emplear baño de hielo o baño de agua fría para preparar soluciones diluidas de ácidos.
- Mantener los frascos de reactivos rotulados y bien tapados para evitar derrames y confusión con otros reactivos.
- Depositar en los recipientes apropiados las puntillas de las micropipetas y lavar las pipetas de vidrio inmediatamente.
- Lavarse las manos con agua y jabón antes de salir del laboratorio.
- Reportar inmediatamente al responsable del laboratorio cualquier accidente o lesión que suceda para que se tomen las medidas apropiadas según los planes de contingencia aprobados.
- Para propósitos de control de incendio y seguridad, debe haber al menos dos salidas en cada laboratorio o grupo de laboratorios una de ésas no debe emplearse normalmente, pero debe estar disponible para salidas rápidas, es recomendable que estas salidas sean opuestas en el laboratorio, de tal modo que el personal tenga la oportunidad de salir por la más cercana.

### 1.2.2. Equipos de protección personal – EPP

Los equipos de protección personal son elementos de uso individual destinados a dar protección al trabajador frente a eventuales riesgos que puedan afectar su salud fisiológica y mental durante el desarrollo de sus labores, en general los laboratorios deberán contar con los siguientes equipos de protección personal como mínimo:




**Figura 3.** Equipos de protección personal.

### 1.2.3. Señales de seguridad

Las señales tienen una importancia relevante al entregar información en caso de emergencia. No obstante, para que sean efectivas deben responder a normas como es el caso de la NTP 399.010-1:2004 SEÑALES DE SEGURIDAD: Colores, símbolos, formas y dimensiones de señales de seguridad, los cuales deber instalarse en lugares apropiados (INACAL, 2004).

**Por su clasificación:**

- **Señal de prohibición:** prohíbe un comportamiento.
- **Señal de advertencia:** advierte de un peligro.
- **Señal de obligación:** obliga a un comportamiento determinado.
- **Señal de salvamento o socorro:** indica salidas de emergencia, lugar de primeros auxilios y dispositivos de salvamento.
- **Señal de lucha contra incendios:** indica la localización de medios de lucha contra incendios (extintores, pulsadores de alarma, bocas de incendio, etc.).
- **Señal gestual e indicativa:** proporciona otras funciones.

**Criterios para el uso de la señales.**

- Llamar la atención sobre la existencia de riesgos.
- Alertar sobre situaciones de emergencia.
- Facilitar la localización de instalaciones de protección.
- Orientar a los trabajadores en maniobras peligrosas.

Algunos ejemplos de donde debe ser colocada las señales de seguridad son, en el:

- Lava ojos.
- Duchas de emergencia.
- Botiquín de primeros auxilios.
- Equipo contra incendios.
- Equipo para manejo de derrames químicos.
- Caseta de seguridad de los materiales peligrosos (MATPEL).
- Caseta de seguridad gases especiales.
- Salidas de emergencia.

Asimismo, se presenta generalidades sobre la descripción de estas señales:

- Las duchas de emergencia y lava ojos deberán ser evaluados regularmente, por lo menos dos veces al mes.
- En los extintores se debe revisar que la carga se encuentre vigente.
- En el botiquín de primeros auxilios se debe cuidar que el contenido sea vigente y esté completo.
- Se recomienda que el laboratorio cuente con un programa de manejo de residuos químicos.:




**Figura 4.** Señales de seguridad.

## 1.3. SUGERENCIAS GENERALES

- El laboratorio debe tener áreas definidas para los equipos de medición y separar las áreas destinadas al almacenamiento de reactivos, preparación de muestras y análisis, para evitar cualquier posibilidad de contaminación de muestras cruzadas y corrosión de los instrumentos analíticos.

- El término "orden y limpieza" de los ambientes de trabajo, mesas, balanzas, desecadores, instrumentales, materiales de vidrio y otros componentes del laboratorio en general es esencial.

- Los equipos tal como estufas, refrigeradores, muflas, congeladores, planchas de calentamiento, equipos de absorción atómica, destiladores y campanas de extracción deben ser verificadas regularmente, deben poseer registros de su mantenimiento tanto preventivo como correctivo y de verificación por parte del usuario, debidamente actualizados.

- La metodología de las "5S" deben implementarse para la mejora continua del sistema productivo en nuestras instalaciones, cuyo significado de cada letra S es el siguiente:

**Seiri:** Ordene todo aquello que no necesita para trabajar en el espacio físico designado.
**Seiton:** Coloque todo lo que realmente necesitas en un lugar definido, elegido en función de criterios ergonómicos.
**Seiso:** Limpie con frecuencia el lugar de trabajo.
**Seiketsu:** La limpieza se consigue con un orden continuo. Evite que nuevos objetos terminen de forma involuntaria en el lugar de trabajo.
**Shitsuke:** La autodisciplina ayuda a mantener adecuadamente el orden y la limpieza. Por eso todos los objetos deben colocarse siempre en el lugar establecido, en este sentido una rotulación clara puede ser de ayuda.

## 1.4. CAMPANAS DE EXTRACCIÓN

- Las campanas de extracción deben estar operando dentro del laboratorio siempre que se tengan almacenados o que se esté trabajando en el laboratorio con reactivos o muestras que generen vapores tóxicos que puedan contaminar muestras, corroer partes electrónicas de instrumentos de medición y afectar la salud del analista.

- Deben mantenerse siempre limpias para evitar contaminación de las sustancias que se mantengan en las campanas. A causa de la naturaleza de los reactivos químicos utilizados y de los análisis que se lleven a cabo es imperativo que la superficie de trabajo se mantenga limpia.

- Es necesario que los materiales altamente tóxicos o inflamables siempre se manejen dentro de las campanas.

- Si se encuentra alguna sustancia química derramada, de origen desconocido en la superficie de trabajo, se debe limpiar como si fuera tóxico, corrosivo e inflamable.

- Mantener cerrada la ventana de la campana al nivel especificado por el fabricante cuando no se esté trabajando en ella, de lo contrario la campana no funcionará adecuadamente.

- Las campanas de laboratorio deberán ser evaluadas regularmente para asegurar que la extracción de vapores tóxicos sea eficiente y por lo tanto, el funcionamiento de las mismas sea eficiente. Consultar el manual de operación de las campanas de extracción según características, verificando las condiciones del flujo de extracción, el cual debe estar operando adecuadamente. Algunas campanas especifican una velocidad lineal de gasto de extracción de 0,5 m/s con un intervalo del ± 20% (0,1 m/s).




**Figura 5.** Campana extractora.





# II

# MUESTREO DEL SUELO

CAPÍTULO II

# MUESTREO DEL SUELO

...

El muestreo del suelo se define como la actividad que colecta en un tiempo y en un lugar particular de una cantidad de suelo para fines de análisis de laboratorio. En general, la muestra del suelo representa las condiciones puntuales del suelo, en el tiempo que fue colectada. Por su parte, la calidad de un muestreo del suelo se refiere al proceso de toma de muestra que maximiza la selección de cantidades de muestras y sitios de muestreo, de acuerdo con el propósito del estudio de suelo.

El muestreo es una función esencial de la química analítica puesto que la mayoría de los métodos de prueba son destructivos, por lo que el análisis de un lote completo no dejaría nada para utilizarse. Además, la mayoría de los métodos de análisis requieren de unos cuantos gramos de muestra y por lo tanto, debe aplicarse un proceso de reducción entre lote original y la prueba de laboratorio.

Para la elaboración del presente capítulo, se tomó información de la Guía para muestreo de suelos (MINAM, 2014), y de la Guía técnica para muestreo de suelos (Mendoza y Espinoza, 2017).

## 2.1. PLAN O PROCEDIMIENTO DE MUESTREO

Las muestras son útiles para el propósito deseado, cuando son tomadas de una manera consistente con técnicas y prácticas de muestreo generalmente reconocidas. Esto requiere de la inspección del lote del muestreo, del uso de equipos y herramientas de muestreo apropiados para un área en particular como por ejemplo sondas para muestreo de suelo, palanas, azadones, picos, espátulas, balde, wincha métrica, entre otros, y el tipo de muestra deseada. Las condiciones de almacenamiento deberán ser adecuadas para la muestra antes y después del análisis. Todos estos factores, deben ser registrados en un cuaderno de campo para darle seguimiento y alcanzar calidad del muestreo por el personal de operación.



**Figura 6.** Herramientas a utilizar en el muestreo.

## Procedimiento de muestreo:

Es la sucesión de pasos propuestos en una especificación, que aseguran que la muestra eventualmente tomada para el análisis tendrá las características esenciales de la población. Por lo tanto, el plan de muestreo debe reconocer la necesidad de investigar el grado de homogeneidad del material a granel.

Los factores más importantes por considerar para desarrollar un procedimiento de muestreo efectivo se detallan a continuación:

- La muestra tomada debe ser representativa de la población.
- La cantidad de muestra debe tomarse con una frecuencia que permita la reproducibilidad de los requisitos de la prueba para el objetivo deseado, como se indica en el método analítico.
- El manejo y el almacenamiento subsecuente de la muestra debe ser el adecuado.



**Figura 7.** Ejemplo de delimitación del terreno a muestrear.

Los parámetros para considerar en un plan de muestreo son:

1. Homogeneidad del lote.
2. Identificación del lote.
3. Número de muestras a tomar.
4. Método de recolección de muestras.
5. Frecuencia de muestreo.
6. Recipientes, conservación y tratamiento subsecuente.

**Tabla 1.** Uso del suelo, objetivos de muestreo y profundidad de muestras.

| Uso de la tierra según cultivo | Profundidad (cm) | Observaciones |
|---|---|---|
| **Suelos profundos en planicies o valles** | | |
| Cultivos anuales con labranza tradicional: para fertilidad general o recomendación de fertilización (cultivos de pan llevar). | • 0 a 10 cm<br>• 0 a 20 cm<br>• 0 a 30 cm | Solo la capa arable: muestreo 2 meses previos a la siembra. |
| Hortalizas | • 0 a 20 cm | Muestreo por lote o bancales. |
| Pastos | • 0 a 15 cm | Dividir potreros en áreas homogéneas. |
| Plantaciones perennes y frutales | • 0 a 30 cm<br>• 30 a 60 cm<br>• 0 a 20 cm<br>• 20 a 40 ó 60 cm | Un mes previo a la floración, tomar muestra en un radio de 50 cm al árbol. |
| Plantaciones perennes y frutales | Tres capas:<br>• 0 a 5 cm<br>• 5 a 10 y de<br>• 0 a 20 cm | Para estudios de rutina se puede muestrear de 0 a 10 cm y hasta 20 cm para estudios detallados |

| Suelos superficiales en laderas | | |
|---|---|---|
| Cultivos anuales de siembra directa. Para manejo de fertilidad | • 0 a 10 cm | Dividir el lote en áreas uniformes. |
| Cultivos de hortalizas con labranza manual | • 0 a 10 cm | Tomar muestra del bancal. |
| Pastura en potreros | • 0 a 10 cm | |
| Cultivos perennes, frutales y arboles | • 0 a 15 cm<br>• 15 a 30 cm<br>• 30 a 50 cm | Únicamente considerar suelo y no roca. |

### 2.1.1. Identificación del lote

Un lote se define como una recolección de recipientes primarios o unidades del mismo tamaño, tipo o estilo, los cuales fueron producidos bajo condiciones tan uniformes cómo fue posible y son diseñados por un código común. En ausencia de un código, se puede formar un lote. El muestrear, como un lote simple, incrementará la variabilidad del componente de la matriz y por lo tanto el error de muestreo.

Un lote de un material que requiere muestreo consiste en un número de unidades empacadas, por ejemplo, tambores, barriles, cajas, etc.; los datos que deben incluirse al identificar el lote son los siguientes:

- Nombre y localización del proveedor.
- Fecha y hora de entrega.
- Cantidad entregada.
- Número del vehículo de transportación.
- Asignar un número o código a cada muestra del lote consecutivo.

### 2.1.2. Homogeneidad del lote

Al considerar el muestreo de un material sólido que tiene una gran variedad de tamaños de partículas, se debe aclarar que la muestra no será representativa si alguna de estas partículas es excluida del total debido a que son grandes. Contrariamente, si al tomar la muestra se eligen partículas grandes y no el polvo, ésta tampoco será representativa. Una de las características esenciales

es el tamaño de partícula. La muestra debe ser de la misma composición que la del material del cual se tomó. Ningún problema surgirá en materiales que son totalmente homogéneos en su composición, como es el caso de líquidos y gases. Sin embargo, en la mayoría de los casos el material no es homogéneo, como en el caso de los sólidos los cuales no se deben considerar homogéneos hasta que hayan sido homogeneizados mediante el uso de la molienda.

Los diferentes estados de la materia presentan las siguientes características de homogeneidad:

**Gases:** Existen pocos problemas de homogeneidad en mezclas de gases, en las que el cilindro almacenado no está sujeto a variaciones de temperatura y presión. Pueden ocurrir muchas dificultades si no se toman ciertas precauciones tales como limpieza de válvulas, grifos y líneas de conexión de cualquier otro gas antes de que pase la muestra. Igualmente se debe tener cuidado que ningún componente gaseoso reaccione con la muestra y con los equipos analíticos.

**Líquidos:** En la mayoría de los casos una agitación general o mezclado es suficiente para asegurar la homogeneidad antes del muestreo. Donde existen fases separadas es necesario determinar los volúmenes relativos de cada fase para comparar correctamente la composición de una fase con la otra. Las fases en cualquier caso deben muestrearse individualmente.

**Sólidos:** Presentan grandes problemas de homogeneidad. Aunque los materiales que superficialmente aparentan ser homogéneos pueden tener concentraciones de impurezas y variar en su composición. El procedimiento adoptado para obtener una muestra representativa de un sólido dependerá grandemente del tipo de sólido.




**Figura 8.** Delimitación de áreas homogéneas e Identificación de número lotes dentro de un predio.

### 2.1.3. Tamaño y número de muestras a ser tomadas

El tamaño de la muestra tiene dos significados, uno para el analista y el otro para el estadístico. Para el analista el tamaño de la muestra se refiere al volumen o cantidad de muestra y para el estadístico el tamaño de la muestra se refiere al número de unidades separadas tomadas de un gran número de unidades (lote).

La cantidad de muestra debe tomarse basándose en la reproducibilidad de los requisitos de la prueba para el objetivo deseado, lo cual, lo indica el método analítico. Aun así, el método elegido para tomar la muestra es aquél que parece dar la respuesta correcta. La respuesta verdadera, es disponible solo si todo el material (población) se analiza o prueba, lo cual obviamente es una situación imposible. La estadística, por lo tanto, juega una parte importante en el diseño de cualquier procedimiento de muestreo.

Ningún procedimiento de muestreo puede ser recomendado sin considerar la experiencia previa en muestras del mismo tipo.

El tamaño de la muestra a ser tomado en un material sólido depende de:

- Variación en el tamaño de la partícula.
- Homogeneidad con respecto al componente a ser determinado.
- Grado de precisión requerida en el resultado analítico. Las etapas, en el muestreo, están constituidas por:
- Unidad de muestreo.
- Incremento o porción.
- Muestra compuesta.
- Submuestra.
- Análisis de la muestra.

A cada una de las unidades o recipientes que van a muestrearse, se le llama unidad de muestreo. La muestra tomada de cada una de estas unidades separadas se llama porción o incrementos y la combinación de porciones o incrementos forman una muestra compuesta. La muestra compuesta es con frecuencia bastante grande para el análisis directo y debe ser dividida para producir una submuestra. La submuestra proporcionada para el análisis será homogeneizada por el analista antes que el análisis se realice.

El personal del laboratorio generalmente no se involucra en planear la recolección de muestras, sin embargo, se debe solicitar conservadores para las muestras.

Cuando ocurre una diferencia significativa en los resultados de laboratorios que han analizado la misma muestra, puede ocurrir un problema serio, involucrando cuestiones de competencia y credibilidad. Muchas de estas situaciones pueden evitarse, si las muestras proporcionadas al laboratorio representan la composición del lote, para ello se debe tener un plan o procedimiento de muestreo.



**Figura 9.** Identificación de puntos de muestreo, empleando el método de zigzag y el método en X.

### 2.1.4. Métodos de selección de muestra

Al considerar el muestreo de un material sólido que tiene una gran variedad de tamaños de partículas, se debe aclarar que la muestra no será representativa si alguna de estas partículas es excluida del total debido a que son grandes. Contrariamente, si al tomar la muestra se eligen partículas grandes y no el polvo, ésta tampoco será representativa. Una de las características esenciales es el tamaño de partícula. La muestra debe ser de la misma composición que la del material del cual se tomó. Ningún problema surgirá en materiales que son totalmente homogéneos en su composición, como es el caso de líquidos y gases. Sin embargo, en la mayoría de los casos el material no es homogéneo, como en el caso de los sólidos los cuales no se deben considerar homogéneos hasta que hayan sido homogeneizados mediante el uso de la molienda.

#### Muestreo de probabilidad o representativo:

Es utilizado cuando se desea una muestra representativa e involucra principios de estadística y probabilidad, es una aproximación de selección aleatoria que tiende a dar a cada unidad, una oportunidad igual de ser seleccionado.

#### Muestreo de no probabilidad o selectivo:

Es utilizado cuando no es posible recolectar una muestra representativa, o no se desea una muestra representativa. El recolector usa su criterio más que consideraciones estadísticas o dinámicas.

## Muestreo por aprobación:

Se denomina muestreo por sondeo e involucra la aplicación de un plan predeterminado para decidir si un lote de cosas reúne los criterios definidos para su aceptación. El riesgo de aceptar lotes "malos" o lotes "buenos" está establecido junto con uno o más parámetros.

Existen dos categorías del muestreo de aprobación:

**A.** El muestreo por atributos es en donde la unidad de producto se clasifica como defectuosa o no defectuosa, o se cuenta el número de defectos en la unidad de producto con respecto a un requerimiento dado.

**B.** El muestreo por variables es en donde una característica de cantidad específica o una unidad de producto es medida sobre una escala continua y se registra la medición.



**Figura 10.** Limpieza de la superficie del suelo (vegetación y piedras).

### 2.1.5. Métodos de recolección de muestras, preparación y equipo utilizado

Se requieren diferentes técnicas dependiendo del estado de la materia de la muestra, para ello, se debe tomar en cuenta si el material que va a muestrearse está en reposo o en movimiento. Los recipientes deben estar limpios y construidos de un material inerte a la sustancia que va a muestrearse.

Hay dos opciones para el submuestreo analítico: Una es preparar la muestra de laboratorio compuesta o hacer el examen de la unidad individual por separado. En una muestra compuesta las unidades individuales o porciones representativas de las unidades se combinan para formar una mezcla uniforme.

Existen dos tipos de muestras:

## A. Muestras simples:

Es la muestra obtenida de una sola extracción de suelo en un corto periodo de tal forma que el tiempo empleado en su extracción sea el transcurrido para obtener el volumen necesario, generalmente son aplicados en suelos muy homogéneos. Se recomienda tomar una muestra aproximadamente de un kilo.

## B. Muestras compuestas

Es la muestra de suelo obtenida de varias extracciones o muestras simples reunidas en un recipiente codificado por profundidad, si es el caso y luego mezclados hasta lograr completamente su uniformidad de donde se retira aproximadamente un kilo de muestra de suelo. Para la recolección de muestras pueden ser por aleatoria simple, aleatorio estratificado, cuadricula, en X y zigzag.

- **Método aleatorio simple:** Es apropiado para tierras homogéneas y planas. Las muestras se recolectan en forma aleatoria; escogiendo puntos al azar que representan el área muestreada, después se mezclan. Este tipo de muestreo se utiliza en cultivos ANUALES Y PASTURAS.

- **Método aleatorio estratificado:** Consiste en dividir lotes a muestrear en estratos; se recolectan las muestras en cada estrato y posteriormente se mezcla. Este muestreo se realiza en terrenos colinados, e incluso en laderas.

- **Método cuadrícula:** Consiste en dividir cada lote seleccionado en cuadros iguales, recolectando las muestras en cada uno y después mezclarlas. Este muestreo es recomendado en pequeñas parcelas donde los suelos son muy homogéneos.

- **Método X:** Consiste en recolectar muestras en forma de X, nos ubicamos en un extremo de un lote determinado, donde se inicia el muestreo en sentido al extremo opuesto de igual forma se hace para los dos extremos restantes, hasta completar el muestreo de campo. La recolección de cada submuestra se hace a lo largo de cada X y posteriormente se mezclan.

- **Método zigzag:** Consiste en líneas cruzadas caminando unos 25 a 30 pasos desde cada punto seleccionado de muestreo va a depender del tamaño de área y uniformidad de terreno. Se recolectan las submuestras y posteriormente se mezclan para obtener una muestra representativa.




**Figura 11.** Toma de muestra con dos tipos de barreno.




**Figura 12.** Muestreo con pala recta y con la ayuda de una espátula retirar los bordes dejando una porción de aproximadamente de 5 cm de ancho.

Las ventajas de una muestra compuesta son:

- Menor tiempo gastado en el análisis.
- Son muy exactas en el caso en el que la homogeneidad no sea importante.

El muestreo de unidades múltiples es recomendable cuando hay fluctuación de valores entre las unidades individuales o se desea establecer la variabilidad del lote. Un error común es hacer muestras compuestas de varias muestras y después hacer determinaciones repetidas sobre estas muestras.

Uno de los problemas del muestreo compuesto es que las porciones no están disponibles por mucho tiempo para el análisis individual, debemos detectar el problema antes de hacer la muestra compuesta.

### 2.1.6. Submuestreo o preparación de las muestras

Las exigencias para una preparación adecuada de las muestras son determinadas por: la consistencia y características químicas del analito, de la matriz, y por la distribución del analito en la muestra. Los líquidos de una fase generalmente se pueden mezclar, revolver o agitar. Los materiales de partículas secas pueden ser reducidos en volumen por conos o cuarteos o por el uso de un divisor como el tipo rifle. Para desintegrar las muestras existen herramientas y máquinas como molinos, trituradoras y cortadoras.

El principio del muestreo de materiales a granel es elegir un número grande de porciones de una manera sistemática de diferentes partes y combinarlas, posteriormente se utiliza el cuarteo a esta muestra.

Para la reducción adecuada de la muestra existen los siguientes métodos:

#### A. Método de cono y cuarteo

Es el principio del muestreo del material a granel. Del total, se seleccionan y combinan un gran número de porciones de una manera sistemática de diferentes partes. La muestra se muele mecánicamente y si es necesario es llevada a una pila cónica. La parte alta del cono es prensada y dividida en cuartos. Los cuartos opuestos de la pila son removidos y mezclados para formar una pila cónica más pequeña y otra vez dividida en cuartos. Este proceso se repite hasta obtener una muestra de un peso adecuado entre 200 y 300 gramos.



**Figura 13.** Depositar la muestra tomada en un balde o envase limpios.



**Figura 14.** Una vez recolectada las 15 a 21 submuestras, se mezclan para homogenizarlas.




**Figura 15.** Aplicar el método de cono y cuarteo para obtener la muestra representativa del lote.



**Figura 16.** Obtención de la cuarta parte del total para una muestra representativa.

## B. Método de rayado

Un rifle es un aparato mecánico que sirve para dividir una muestra en dos porciones iguales aproximadamente. La distancia entre los canales puede variar y debe ser ligeramente mayor que el tamaño de la partícula más grande del lote. El material es introducido en la parte más alta de la caja y emerge en el lado opuesto en dos porciones iguales.

## 2.1.7. Transporte, recepción y conservación de la muestra

### 2.1.7.1. Transporte

Para evitar que las muestras se contaminen como resultado de su manejo, transporte o almacenamiento, deben ser mantenidas en recipientes capaces de conservar la integridad de la muestra. Algunas causas comunes de la pérdida de la integridad de la muestra son:

- Pérdida de componentes volátiles.
- Reacciones de los componentes con el aire.
- Descomposición en presencia de radiación ultravioleta.
- Degradación causada por cambios de temperatura.
- Cambios debidos a la actividad catalítica.

Los recipientes a emplear pueden ser de metal, vidrio o plástico, la selección del material del recipiente dependerá del tipo de muestra y de los analitos de interés a medir. Se recomienda utilizar un cooler para conservar las muestras y transportar hasta el laboratorio, tal como se muestra en la Figura 17 a la 19.



**Figura 17.** Etiquetado e identificación de la muestra.

| **Cliente:** | |
|---|---|
| **Productor:** | |
| **Nombre parcela:** | |
| Ubicación UTM | Altitud |
| | |
| Localidad | Distrito |
| | |
| Provincia | Departamento |
| | |
| Cultivo anterior | Cultivo a instalar/ mantenimiento. |
| | |
| Tipo de análisis | Fecha de muestreo |
| | |
| Fecha: | Cód. Lab: |

…………………………………………………………………………..

| **Cliente:** | |
|---|---|
| **Productor:** Carlos Anahua Quispe | |
| **Nombre parcela:** Lote 1 - Salcedo | |
| Ubicación UTM | Altitud |
| 15°50'36" S / 70°01' 25" O | 3810 m.s.n.m |
| Localidad | Distrito |
| Puno | Puno |
| Provincia | Departamento |
| Puno | Puno |
| Cultivo anterior | Cultivo a instalar/ mantenimiento. |
| Quinua | Papa |
| Tipo de análisis | Fecha de muestreo |
| Caracterización | 15-07-19 |
| Fecha: 16-07-19 | Cód. Lab: 315 A1-EEIP-2019 |

**Figura 18.** Ejemplo de llenado de etiquetas.



**Figura 19.** Etiquetado e identificación de la muestra.

### 2.1.8. Recepción y registro

Para la recepción y registro de las muestras se deben observar los siguientes puntos:

- Número de muestras diarias.
- Identificación de las muestras; deberán tener la fecha, lugar donde se tomó, el nombre y firma del analista y los componentes a determinar.
- Hacer las anotaciones con tinta indeleble.
- Darles a las muestras un número para distinguirlas unas de otras.
- Tener cuidado de que las etiquetas de las muestras no sean fácilmente destruidas o intercambiadas con otras muestras.
- Que sufran el mínimo de cambios físicos y químicos mientras se encuentren en el laboratorio.
- El manejo de las muestras deben hacerlo técnicos especializados sobre todo en materiales peligrosos.
- Requerimientos de instalaciones y personal especializado para recepción, registro y almacenamiento.
- Identificar el lugar donde se encuentran las muestras almacenadas.



**Figura 20.** Recepción e ingreso de muestras de suelo al laboratorio para su análisis.

### 2.1.9. Conservación de las muestras de suelo

Los medios de conservación del analito son: la refrigeración, congelación, llenado con gas inerte, adición de ácido, uso de recipientes de vidrio ámbar o polietileno.

- Para conservar una muestra se deben determinar las necesidades de la muestra, el tiempo máximo de retención no debe exceder el tiempo en el cual la concentración del analito decrezca una cantidad igual a tres veces la desviación estándar del análisis con un 95% de confianza en los resultados.
- Deben evitarse los cambios en la composición o estado físico antes del análisis.
- Tener un área separada para almacenar muestras ambientales de análisis de trazas.
- Usar los materiales de los recipientes adecuados para evitar la contaminación y conservar mejor al analito.
- Desarrollar técnicas de limpieza de los materiales.
- Conservar las muestras adecuadamente en el tránsito de un punto a otro.
- Semanalmente deben ser descargadas las muestras analizadas de listas y almacén.
- Almacenar las muestras en un lugar cerrado, seguro, con acceso limitado. El acceso limitado implica que una o dos personas tengan llaves del área de almacén.

## 2.2. SEGURIDAD EN EL MUESTREO

El personal que realiza los muestreos debe vestir siempre ropa de protección adecuada y si es posible tener un conocimiento detallado del material que va a ser muestreado, por ningún motivo se deben permitir flamas cerca del área de muestreo.

Los recipientes deben estar limpios y construidos de un material inerte a la sustancia que va a muestrearse.

En líquidos, el peligro frecuentemente se encuentra en los inflamables y volátiles. Los líquidos tóxicos y desconocidos nunca deben ser succionados con la boca de tubos o pipetas. Aún en muestras sólidas el analista siempre debe usar una mascarilla de protección hasta que se establezca que el material en polvo no es riesgoso.

## 2.3. DISPOSICION FINAL DE LAS MUESTRAS

La disposición final de las muestras no debe realizarse de forma tal, que se desechen en el lavadero; sin embargo, lo podrán hacer en los casos en donde se tenga tratamiento de aguas residuales y que el producto no provoque algún incendio y problemas en el funcionamiento de la planta de tratamiento de agua o problemas de salud como envenenamientos.

La cantidad de muestra que no se requiere en el análisis deberá de regresarse al proceso si no han sido contaminadas o debe dársele un tratamiento previo. Para ello, debe desarrollarse un procedimiento seguro de disposición de muestras, el cual debe integrarse dentro del plan de muestreo.

## 2.4. DIAGRAMA DE FLUJO DE MUESTREO DE SUELO




**Figura 21.** Diagrama de flujo de muestreo de suelo en el laboratorio de suelos y agua del INIA.





# III

# USO DE AGUA EN EL LABORATORIO

CAPÍTULO III

# USO DE AGUA EN EL LABORATORIO

...

## 3.1. USOS Y CARACTERÍSTICAS POR TIPOS DE AGUAS

Para definir qué tipo de agua utilizar se debe tener claro qué análisis se va a realizar. En la Tabla 2 y 3 se establecen algunos usos y características de los diferentes tipos de agua.

**Tabla 2.** Usos dependiendo al tipo de agua.

| Tipos de agua | Usos |
|---|---|
| I | • Cromatografía líquida de alta redisolución.<br>• Determinaciones de trazas y ultratrazas elementales. |
| II | • Absorción atómica, Emisión Atómica, Ultravioleta Visible<br>• Determinaciones a nivel de % y mg/L. |
| III | • Limpieza de trabajo analítico ordinario.<br>• Destilaciones simples.<br>• Desionización u ósmosis inversa. |

**Tabla 3.** Características fisicoquímicas que definen la calidad por tipo de agua de acuerdo las normas internacionales ASTM[1], BSI, CAP y NCCLS.

| Parámetro | Tipo I | | | Tipo II | | | Tipo III | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | ASTM | BSI | CAP/ NCCLS | ASTM | BSI | CAP/ NCCLS | ASTM | BSI | CAP/ NCCLS |
| Conductividad eléctrica, máx., µS/cm^ a 25°C | 0.056 | 0.01 | 0.1 | 0.1 | 0.1 | 0.5 | 0.25 | 0.5 | 10 |
| Resistividad eléctrica, min., M a 25°C | 18 | N | 10 | 10 | N | 2.0 | 4.0 | N | 0.1 |
| pH a 25°C, intervalo de aceptación | N.A* | N.A* | N.A* | N.A* | N.A* | N.A* | N.A* | 5.0-7.0 | 5.0-8.0 |
| Carbono orgánico total (COT), máx., µg/L | 100 | N.E | N.E | 50 | N.E | N.E | 200 | N.E | N.E |
| Sodio máx, µg/L | 1 | N.E | N.E | 5 | N.E | N.E | 10 | N.E | N.E |
| Cloruros máx., µg/L | 1 | N.E | N.E | 50 | N.E | N.E | 200 | N.E | N.E |
| Sílice, máx., µg/L | 3 | 10 | 50 | 3 | 20 | 100 | 500 | N.E | 1000 |
| Contenido de oxígeno como matriz oxidable, máx., mg/L | N.E | N.A | N.E | N.E | 0.08 | N.E | N.E | 0.4 | N.E |
| Absorbancia a 254 nm y 1 cm de trayectoria óptica, máx., unidades de absorbancia | N.E | 0.001 | N.E | N.E | 0.01 | N.E | N.E | N.E | N.E |
| Residuos después de la evaporación por calentamiento a 110 °C, Máx., mg/kg | N.E | N.A | N.E | N.E | 1 | N.E | N.E | 2 | N.E |
| Recuento de colonias, unidades formadoras de colonias/mL | N.E | N.A | <10 | N.E | N.E | 103 | N.E | N.E | N.A |

[1]. La información de esta Tabla fue tomada de la Norma ASTM 1193:2001.

**Notas:**

ASTM: American Society for Testing and Materials
BSI: British Standard Specification
CAP: College of American Pathologists
NCCLS: National Committee for Clinical Laboratory Standards (United States)
N.E. No específica este parámetro.
N.A. No aplicable.

La conductancia medida entre fases opuestas de un centímetro cúbico es llamada conductividad. La unidad de la conductividad eléctrica es siemens por centímetro (S/cm), anteriormente se usó la unidad de ohms/cm que es numéricamente equivalente a S/cm. Los valores de conductividad para el agua tipo I y II son aplicables a agua recién preparada, debido a que durante el almacenamiento es posible que contaminantes atmosféricos tales como dióxido de carbono o álcalis provenientes de los contenedores de vidrio sean disueltos y provoquen cambios en la conductividad.

## 3.2. CONSIDERACIONES PARA EL USO DE AGUA

Es importante mencionar que, para los diferentes tipos de agua, tal como se mostró en la Tabla 2, la conductividad y la resistividad eléctricas especificados para cada tipo de agua son parámetros de medición que deben cumplirse para un adecuado control del proceso de purificación del agua. Estos parámetros son medidos en los sistemas de deionización de agua en línea, es decir internamente, por lo que una vez que el agua sale del sistema y al entrar en contacto con el aire tiende a absorber el dióxido de carbono ($CO_2$) hasta alcanzar el equilibrio de solubilidad en el agua, entonces en este momento el agua alcanza valores de conductividad de aproximadamente 1,1 µS/cm a 25 °C equivalente a una resistividad de aproximadamente 0,9 MΩ; debido a la influencia del $CO_2$, puede disminuye su pureza, por lo que cada usuario debe revisar si esta modificación afecta la aplicación que se va a hacer.

Por ejemplo, en el caso de la medición de elementos químicos a nivel trazas (µg/kg), la presencia de $CO_2$ no es un factor que afecte el uso del agua Tipo I para este caso particular. Es importante revisar el nivel de concentración de los analitos presentes en el agua Tipo I, sobre todo de los analitos que se desean analizar, así como sus posibles interferencias.

Para el uso del agua, se tomará en cuenta las siguientes indicaciones:

- Para determinaciones de compuestos orgánicos el agua debe estar almacenada en contenedores hechos de vidrio resistente, o idealmente de sílice fundida.

- Para determinaciones inorgánicas, el agua debe estar almacenada en contenedores hechos de polietileno de baja densidad para el agua Tipo I y Tipo II, para el agua Tipo III en contenedores de polipropileno o borosilicato. El almacenamiento del agua Tipo I no debe ser prolongado ya que se corre el riesgo de contaminarse.

- Mantener cerrados los contenedores del agua, para evitar contaminación, para el agua Tipo I se recomienda que sean cubiertos con plástico en la parte de la cubierta y en parte donde ocurra la salida de agua.

- Verificar la calidad del agua, su conductividad al menos diariamente y analizar muestras de agua pura periódicamente, en promedio una vez al mes o cada dos meses para metales pesados y materiales orgánicos con la finalidad de monitorear el funcionamiento del sistema productor de agua.



# IV

## MATERIAL DE VIDRIO

CAPÍTULO IV

# MATERIAL DE VIDRIO

...



**Figura 22.** Material de vidrio.

## 4.1. CLASIFICACIÓN DEL MATERIAL DE VIDRIO

El material volumétrico se clasifica de tres formas:

**A.** Por el tipo de material con el que está fabricado
**B.** Por su tolerancia
**C.** Por su uso.

### 4.1.1. Clasificación por el tipo de material que está fabricado

- **Tipo I:** Material fabricado con vidrio borosilicato, que subdivide en:
  - **Subtipo Ia.-** Bajo coeficiente de expansión térmica.
  - **Subtipo Ib.-** Alto coeficiente de expansión térmica.
- **Tipo II:** Material fabricado con vidrio calizo.
- **Tipo III:** Material fabricado con vidrio de baja transmitancia luminosa.

**IMPORTANTE**
Para decidir qué tipo de material de vidrio debe comprarse, cuando se va a calentar (vasos de precipitados, matraces Erlenmeyer) es necesario conocer la clasificación presentada.

## 4.1.2. Clasificación por su tolerancia

La cual define su exactitud.

**Tipo I.** Material para medición de precisión aproximada, que a su vez tiene dos clases:

- **Case A:** Se consideran los artículos volumétricos de mayor exactitud.



**Figura 23.** Artículos volumétricos de mayor exactitud.

Si el método requiere de alta exactitud, usar únicamente material de vidrio clase A, ya que tiene especificaciones de alta exactitud y dependiendo de la importancia del volumen y de su contribución a la incertidumbre total, requerirá o no calibración.

- **Case B:** Son artículos de menor exactitud, ya que la tolerancia de éstos es el doble que la establecida para los de clase A.

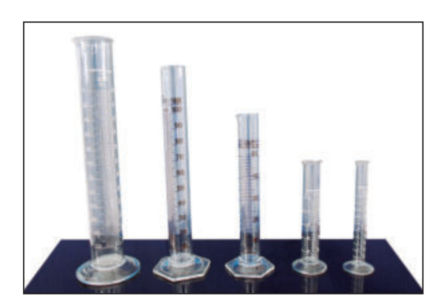


**Figura 24.** Artículos volumétricos de menor exactitud.

- **Case C:** Se les llama Material para educación escolar, se consideran los artículos volumétricos de menor exactitud y se recomienda su uso como su nombre lo indica para escuelas.

**Tipo II.** Material para medición aproximada. Como lo son los vasos de precipitado, etc.



**Figura 25.** Material para medición aproximada.

### 4.1.3. Clasificación de acuerdo con su uso

Se clasifica en:

#### A. Material para entregar

Es aquel que se calibra durante su proceso de manufactura para transferir una cantidad establecida de líquido con propiedades similares de viscosidad y tensión superficial al agua. El diseño de este material, una vez que transfiere el líquido, le permite retener una cierta cantidad de líquido suspendido en sus paredes y en el caso de las pipetas en la punta.

#### B. Material para contener

Es aquel que es llenado a su marca a la cual fue calibrado para contener un volumen determinado. Lo anterior significa que, si este material fuera empleado para entregar, este entregaría menos del volumen deseado debido a que una cierta cantidad del líquido se retiene en las paredes del recipiente, esta diferencia es considerable para propósitos analíticos. Se recomienda escoger el material de acuerdo de las necesidades de la metodología a emplear.

## 4.2. CONSIDERACIONES GENERALES DE USO DEL MATERIAL DE VIDRIO

El uso inadecuado del material de vidrio durante el proceso de medición puede ser crítico y contribuir a la incertidumbre total, por esto a continuación se presenta las consideraciones generales del uso del material de vidrio de forma que la incertidumbre sea propia del desarrollo del proceso de medición y no del material seleccionado.

**Las consideraciones para el uso del material de vidrio son:**

- Es recomendable realizar la selección adecuada del material de vidrio de acuerdo con el proceso de medición en el cual va a ser empleado, así como a la exactitud que se requiera para obtener resultados de medición confiables.
- Se debe tomar precauciones de posible contaminación por uso previo del material en otro análisis. Debe lavarse adecuadamente y clasificarse de acuerdo con su uso.
- Cuando prepare disoluciones en material de vidrio para mediciones analíticas inorgánicas, no almacene las disoluciones por períodos prolongados, transfiéralas inmediatamente a recipientes de polietileno de baja densidad para evitar contaminación del material de vidrio, sobre todo si se utiliza material volumétrico.
- Lavar tan pronto como sea posible aquel material que haya estado en contacto con disoluciones concentradas, de lo contrario, someter a una limpieza total inmediata, primero enjuagarlo con agua para remover la mayor cantidad de disolución residual y posteriormente, sumergirlo en agua con detergente neutro libre de metales.
- Dejar separadas las juntas, llaves y válvulas esmeriladas después de su uso.
- Evitar limpiar el material de vidrio con cepillos gastados pues las partes metálicas del cepillo rayan el vidrio y aumentan las posibilidades de contaminación por acumulación de compuestos.
- Evitar poner el vidrio en contacto con disoluciones de ácido fluorhídrico o álcalis concentrados. El hidróxido de sodio y de potasio ataca al vidrio y desgastar las paredes de los recipientes que los contienen.
- El material de vidrio empleado en reacciones orgánicas debe estar libre de agua excepto aquellos casos, en que se realicen reacciones en disolución acuosa.

## 4.3. CONSIDERACIONES GENERALES EN EL USO DEL MATERIAL DE VIDRIO EN COMPUESTOS O ELEMENTOS INORGÁNICOS

En análisis de trazas, la clase de vidrio utilizado, su limpieza y almacenamiento son aspectos críticos, debido a que la adsorción de algunos iones metálicos que pueden ser significativos.

Evitar la contaminación de las muestras a analizar, para ello se recomienda, en la limpieza, utilizar jabones o detergentes neutros, que no contengan los compuestos o elementos que se quieran analizar, ya que de esta manera se evita la contaminación de las muestras.

**Ejemplo:** Cuando se analiza fósforo evitar lavar el material de vidrio con detergente por su contenido en fosfatos.

- Para evitar contaminación cruzada en las muestras. Se recomienda el uso de teflón para mediciones de ultratrazas, polietileno de baja densidad para mediciones de trazas, polietileno de alta densidad y/o polipropileno cuando se realizan mediciones de concentraciones altas. Existen dos tipos de contaminación:

- **La contaminación positiva,** se origina la mayoría de las veces en el proceso de limpieza, y es debida al tipo de detergentes y reactivos utilizados durante este proceso, los cuales son adsorbidos por el material que se está lavando.

- **La contaminación negativa,** se presenta debido a que el recipiente que contiene la muestra absorbe el analito de interés, lo cual depende de su concentración que compone el material. Además, la contaminación negativa se caracteriza también por la pérdida de la concentración del analito por paredes del recipiente.

## 4.4. LIMPIEZA

El tipo de limpieza en el material de vidrio es determinante en la calidad de las mediciones analíticas, por esta razón, existen varios tipos de limpieza que dependen de las sustancias que requieran ser removidas del material de vidrio para evitar contaminación durante el manejo de las muestras y/o determinaciones analíticas.

### 4.4.1. Limpieza general de material de vidrio a utilizar en mediciones analíticas de compuestos orgánicos

Consideraciones generales para la limpieza son:

- La forma más simple es utilizando detergente, enjuagar con agua potable y luego, con agua destilada y dejar escurrir y secar al aire el material de vidrio.
- Los cepillos utilizados para la limpieza deben estar curvados, para una limpieza total de los matraces, principalmente en el fondo de los mismos.
- Lavar el material con una disolución de detergente al 10% con agua destilada.
- Enjuagar con agua corriente y después con agua destilada eliminando totalmente el detergente.
- Comprobar la limpieza, dejando escurrir el material, la formación de gotas en las paredes del mismo indican que el material se encuentra sucio de esa zona.
- El material limpio debe guardarse invirtiéndolo sobre papel secante.
- Otras piezas de material, como condensadores, pueden ser colocados sobre sus lados laterales dentro de una gaveta limpia.

**Ejemplo de la limpieza de una bureta:**

Diluir 2 mL del detergente en 50 mL de agua destilada e introducirlo en la bureta.

- Lavar con un cepillo la bureta.
- Vaciar la disolución de detergente de la bureta.
- Enjuagar la bureta tres veces con agua corriente y dos veces con agua destilada.

**Si la bureta está muy sucia:**

Se recomienda adicionar una disolución de NaOH al 50% dejando reposar por 5 minutos y enjuagar con agua corriente y finalmente con agua destilada verificado la eliminación total del NaOH, esto se lleva a cabo con adición de unas gotas de indicador fenolftaleína en el agua después de enjuague, el agua de enjuague debe permanecer incolora lo que es indicativo de que el material ha quedado sin residuos de NaOH.

Se procede a lavarlo tal como está descripto en el caso anterior.

### 4.4.2. Limpieza con mezcla de Peroxidisulfato de Amonio

Se utiliza cuando es necesario eliminar materia orgánica tal como: ácidos orgánicos y ácidos grasos principalmente. Esta mezcla requiere una manipulación muy cuidadosa por lo que deben seguirse las medidas de seguridad necesarias[2].

Su uso se describe a continuación:

- Lavar previamente el material de vidrio utilizando la técnica de limpieza general.
- Vaciar parte de la mezcla de peroxidisulfato de amonio [3] y dejar escurrir por las paredes del material de vidrio hasta formar una película homogénea. También se puede sumergir totalmente el material en la disolución de la mezcla si el material está demasiado sucio o tiene compuestos difíciles de eliminar
- Mantener en contacto por varias horas y si es posible toda la noche el material con la mezcla. Se remueven las impurezas con el uso de una escobilla
- Enjuagar con agua potable cuidadosamente y, posteriormente con agua destilada.
- Se debe enjuagar exhaustivamente el material para evitar tener residuos de la mezcla.

### 4.4.3. Limpieza con mezcla sulfonítrica

Este tipo de mezcla se utiliza cuando se requiere eliminar reactivos difíciles de remover del material de vidrio, tales como ácidos grasos. La técnica de limpieza es igual que para la empleada cuando se usa la mezcla de peroxidisulfato de amonio.

Se muestran las indicaciones para el uso de la mezcla sulfonítrica:

---

**[2].** La preparación de la mezcla se describe en el Anexo 1.
**[3].** La disolución de limpieza a base de peroxidisulfato reemplaza a la mezcla crómica, la cual es carcinógena.

- No debe emplearse esta mezcla si la combinación de ácidos permite la formación de compuestos peligrosos con algún material orgánico de residuo. Por ejemplo, la reacción de benceno con esta mezcla es altamente exotérmica y produce un compuesto peligroso. La mezcla se puede usar fría o caliente y en ocasiones el material puede hervirse en la misma debajo de un extractor de gases.

- Para determinaciones de elementos o en análisis de radiaciones químicas en algunos casos es necesario enjuagar con agua bidestilada el material de vidrio.

- Tanto en la manipulación de la mezcla de peroxidisulfato de amonio como en la sulfonítrica se deben tomar todas las precauciones necesarias, por ser disoluciones altamente tóxicas y corrosivas; es importante, por lo tanto, utilizar guantes y careta durante su manejo.

### 4.4.4. Limpieza con solventes orgánicos

Uso de solventes orgánicos se realiza teniendo en cuentas las siguientes consideraciones:

- Cuando el agua es considerada un factor contaminante, se debe eliminar totalmente del material de vidrio, usando acetona que no sea grado reactivo.

- Otra forma de eliminar compuestos orgánicos, principalmente grasas, es recomendable utilizar solventes apolares como la acetona y el hexano.

- Como regla general, en el caso en que no se trabaje con disoluciones acuosas, el material de vidrio se debe enjuagar con el solvente que se va a utilizar en el análisis o mediante un substituto que sea más económico y que no contamine. No olvidar que es importante que los solventes sean miscibles entre sí.

### 4.4.5. Limpieza del material a utilizarse en determinaciones analíticas inorgánicas

Uso de solventes orgánicos se realiza teniendo en cuentas las siguientes consideraciones:

- Lavar el material, sumergiéndolo en una disolución de detergente[4] del 2 al 10% dependiendo del detergente con agua destilada tibia durante una hora, en caso de utilizar agua fría déjelo una noche o 12 h.

- Enjuagar con agua corriente y luego con agua desmineralizada o destilada. El detergente debe eliminarse totalmente.

- Comprobar la limpieza, dejando escurrir el material. La formación de gotas en las paredes del material indica contaminación.

[4]. Detergente, debe ser libre de fosfatos y neutro.

- El material limpio debe guardarse invirtiéndolo sobre papel secante.
- Enjuague con alcohol isopropílico de grado reactivo para eliminar cualquier grasa que no se haya eliminado en el lavado con detergente.
- Enjuagar el matraz con agua destilada varias veces para eliminar el solvente alcohol isopropílico.
- Llenar el material con una disolución de ácido nítrico al 20% y dejarlo reposar por lo menos 12 h en una campana de extracción. Agregar agua destilada o desionizada y dejarlo reposar por lo menos una noche o 12 h, luego, lavar el material con abundante agua destilada hasta la eliminación del ácido.

Es importante enjuagar rápidamente el material después de haberlo utilizado para evitar la contaminación posterior de nuevas muestras. Si el material se va a utilizar siempre para el mismo tipo de muestras o determinaciones de compuestos o elementos, el proceso de limpieza posterior no debe incluir el lavado con detergente, este lavado se realiza casi siempre cuando el material es nuevo debido a la grasa o lubricante empleado en su fabricación, cuando se ha utilizado para muestras de matriz compleja o cuando se requiere eliminar grasa o manchas difíciles.

Una vez realizada la limpieza ácida, se recomienda para los matraces volumétricos que no vayan a ser empleados inmediatamente, que se conserven llenos de agua destilada o desionizada hasta el momento de su uso.

## 4.5. SECADO DEL MATERIAL DE VIDRIO

El analista deberá tener en cuenta las siguientes indicaciones para el secado del material de vidrio:

- Se pueden utilizar hornos secadores que operan a una temperatura entre 105 a 115 °C, para trabajo rutinario. No se debe mantener el material dentro de los hornos por periodos largos. Es recomendable secar solo el material enjuagado con agua destilada.
- Antes de colocar el material dentro del horno, se debe separar cualquier junta de vidrio, tapones esmerilados y llaves. No secar llaves de teflón en el horno secador.
- Nunca meter el material volumétrico clase A, a la estufa, ya que la temperatura propicia la expansión del vidrio y esto provoca que el volumen para el cual se calibró ya no sea válido.
- El material se debe cubrir con papel aluminio cuando se introduzca en una mufla, excepto los crisoles de platino.

- Cuando sea absolutamente necesario secar con solventes orgánicos, el material de vidrio puede secarse rápidamente, enjugándolo con 5 a 10 mL de acetona. Nunca usar acetona grado reactivo. Utilice acetona o alcohol isopropílico para lavar.
- Cuando use aire seco, debe asegurarse que el aire esté completamente limpio, libre de partículas y aceite. Frecuentemente se usa en trabajo rutinario y es muy útil para eliminar partículas de polvo, aceite o para acelerar el proceso de secado.
- El proceso usando vacío puede acelerarse colocando un gotero de vidrio limpio conectado a la línea de vacío por un tubo de hule de paredes duras dentro del matraz drenado o el material que se vaya a secar. Este proceso debe hacerse con precaución pues el material puede llegar a romperse si no resiste el vacío.
- El aire comprimido probablemente puede contener gotas de agua y aceite que contaminan al material, por lo que su uso no es muy recomendable.
- Nunca se debe usar flama directa para secar el material de vidrio, si están presentes gotas de agua, éste puede calentarse heterogéneamente y romperse. Si el matraz contiene solventes, los vapores pueden causar fuego.
- El secado de material a utilizarse en determinaciones analíticas inorgánicas se recomienda que se realice colocando el material sobre una charola que contenga suficiente papel absorbente con la boca hacia abajo, para que se escurra el exceso de agua el tiempo suficiente. La charola deberá ubicarse en un lugar limpio libre de corrientes de aire que puedan contaminar el material con polvo o vapores de reactivos.
- Si el laboratorio cuenta con área limpia, es conveniente secar el material en estas áreas. Estas áreas limpias generan aire limpio y controlan el tamaño y cantidad de partículas de polvo.
- Existen en el mercado equipos que generan áreas limpias: Módulos de Flujo Laminar que incluyen filtros HEPA[5], los cuales son muy útiles sobre todo cuando se realizan determinaciones analíticas de niveles de concentración bajas y elementos a nivel de trazas.

## 4.6. CUIDADOS DEL MATERIAL DE VIDRIO ESMERILADO

Cuidados del material de vidrio esmerilado, se enumeran a continuación:

- Las juntas deberán guardarse libres de químicos y polvo, de otra manera se pueden pegar o atorar.



**[5].** Filtros HEPA, High Efficiency Particulate Air. Son filtros fabricados para controlar el tamaño de partícula del polvo hasta de 0,3 micras, así como cantidad de partículas de polvo en el área donde se encuentran instalados. Es recomendable su instalación en aquellos laboratorios que se dedican a realizar análisis a nivel de trazas elementales.

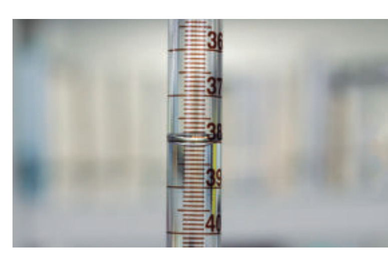
- Las llaves de vidrio de los embudos de separación al igual que las juntas esmeriladas deben limpiarse de grasas de hidrocarburos con una toalla húmeda con acetona guardándolas por separado.
- Las grasas de silicona deben eliminarse cuidadosamente con diclorometano.
- Si se mantienen las llaves en los embudos o buretas, se deben engrasar para evitar que se peguen.
- Las llaves de teflón no necesitan engrasarse, deben limpiarse utilizando solventes orgánicos y colocarse sin ajustar en la junta hasta que se utilicen de nuevo.

## 4.7. USO Y MANEJO DEL MATERIAL DE VIDRIO VOLUMÉTRICO

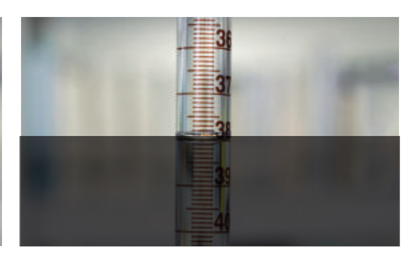
En esta sección se indican puntos importantes en la manera de utilizar el material de vidrio volumétrico enfocados a realizar las mediciones de volumen con mejor exactitud y precisión.

### 4.7.1. Lectura del menisco

- Todos los aparatos en que el volumen esté limitado por un menisco, la lectura o el ajuste se hacen en el punto más bajo del mismo, siempre que los líquidos sean transparentes.
- Para que el punto más bajo pueda ser observado, es necesario obscurecer su contorno con algún material, colocado por detrás y justamente abajo del menisco, lo cual hace que el perfil se destaque en contraste con un fondo claro.
- El ajuste inicial no se hace por encima ni por debajo de la línea de graduación. La posición del punto inferior del menisco respecto a la línea debe quedar en un plano horizontal que pase por el centro de la línea de graduación.
- La posición del menisco se obtiene ajustándolo en el centro de la elipse que forma la línea de graduación cuando es observada desde un plano inferior y mirando hacia arriba.
- Un ejemplo de lectura de correcta del menisco es la lectura del volumen entregado por una bureta. En la Figura 26 se observa la lectura del material de fondo y utilizando un pedazo de papel con la finalidad de visualizar mejor el menisco.
- Es importante que el analista se encuentre parado y de frente a la marca de aforo, ya que una variación en la posición del observador puede ocasionar errores en la lectura del menisco.



Lectura con línea de fondo



Lectura usando una pieza de papel

**Figura 26.** Forma correcta de leer el menisco.

### 4.7.2. Pipetas volumétricas

- Usar pipetas limpias y secas. Se recomienda utilizar pipetas clase A, para mejorar exactitud.
- Si el método empleado y el resultado de la medición requieren de alta exactitud, se recomienda utilizar pipetas calibradas.
- La marca circular grabada indica el lugar en que se debe ubicar el menisco de la disolución, para que la pipeta escurra su volumen nominal, cuando se le usa correctamente (Figura 27).
- Asegúrese que la pipeta tenga una entrega del líquido continua, es decir que no sea intermitente o que no esté bloqueada.
- Verifique que la punta y la parte superior de la pipeta no se encuentren dañadas.

Para lograr la entrega más exacta de la pipeta, se deben seguir los siguientes pasos:

**A.** Lavar la pipeta inmediatamente después de transferir la disolución para evitar que se contamine con la sustancia que se midió.

**B.** Si la calibración del instrumento no es posible, se recomienda realizar la verificación del material.



**Figura 27.** Pipetas volumétricas.

La obtención de lectura se realiza siguiendo pasos indicados en la Figura 28.

**Enjuagar la pipeta con la disolución que se va a medir y desecharla**

↓

**Utilizar una perilla de plástico para llenarla hasta que el menisco quede por encima de la marca.**

↓

**Mantener el nivel del líquido por encima del menisco.**

↓

**Estando en la posición anterior, utilice el papel absorbente o una toalla para eliminar todo residuo de disolución que esté adherida a la parte externa de la punta.**

↓

**La punta de la pipeta debe estar libre del contacto de la pared interior del recipiente o del cuello del matraz, del cual se sacó la muestra, permita que el menisco se acerque muy lentamente a la marca. Leer la lectura del menisco.**

↓

**Cuando se encuentre justo tangente a la marca, traslade suavemente la pipeta al recipiente, para prevenir una pérdida accidental por la punta. Permita que la disolución fluya con su rapidez natural, manteniendo la pipeta vertical. No utilice la perilla para entregar la disolución, pues modifica su velocidad de entrega y por lo tanto, el volumen a entregar.**

**Figura 28.** Proceso de obtención de lectura de una pipeta.

### 4.7.3. Pipetas graduadas

- Las reglas de uso para pipetas graduadas son las mismas que para las volumétricas, salvo que, en lugar de dejar escurrir libremente, hasta que termine el drenado, se debe detener en la marca deseada de la escala graduada (Figura 29).



**Figura 29.**
Pipeta graduada.

- La entrega debe hacerse lo más rápido que sea posible.
- Algunas pipetas serológicas están calibradas “para soplarse” o sea que la entrega incluye la cantidad restante en la punta, la cual hay que soplar dentro del recipiente.



**Figura 30.** Forma correcta de pipetear.

### 4.7.4. Matraces volumétricos [5]

Los matraces volumétricos llamados también matraces aforados, son materiales diseñados para contener un volumen de líquido específico. A continuación, se explica la manera correcta de su uso incluyendo el procedimiento de preparación de disoluciones.

Antes de utilizar el matraz, verifique los siguientes puntos:

- Que el matraz no se encuentre fracturado o con partículas de vidrio adherido.
- Seleccionar el tapón adecuado a la medida del matraz.
- Asegurar limpieza el matraz y enjuagarlo previamente con el disolvente a utilizar en la preparación de la muestra.

**[6].** La temperatura de referencia estándar es también a 20°C cuando se llena hasta la línea de graduación. El menisco se debe observar de la misma manera que se hace en las pipetas.

Una vez verificado lo anterior, proseguir con lo siguiente:

**A.** Seleccionar los reactivos y solventes adecuados. Dependiendo del tipo de análisis, calcular la cantidad teórica del reactivo.
**B.** Utilizar balanzas calibradas y asegurarse de que los receptores de carga siempre estén limpios.



**Figura 31.** Matraces volumétricos

### Procedimiento para la preparación de soluciones:

El procedimiento detallado para preparar las soluciones se detalla en la Figura 32.

**Pesar en un vidrio de reloj, papel para pesar, pesafiltros o en un vaso de precipitados el reactivo, utilizando una espátula limpia.**

↓

**Si la disolución del soluto implica una reacción exotérmica, disolverlo primero en un vaso de precipitados, para evitar que el matraz volumétrico se caliente, y con ello evitar pérdida de la calibración.**

↓

**Disolver completamente el soluto en pequeños volúmenes de disolvente siempre inferiores a la capacidad del matraz.**

Transferir totalmente el sólido al matraz volumétrico utilizando pequeñas cantidades de disolvente contenido en una piseta utilizando un agitador y un embudo; evitar que el líquido se quede en las paredes o en la boca del matraz limpiando las paredes y el cuello del matraz con el disolvente.

Si la disolución a preparar es a partir de un líquido, medir el líquido tomando una alícuota con una pipeta volumétrica, transfiera la alícuota al matraz y posteriormente limpie las paredes y cuello del matraz con el disolvente.

Si al transferir la disolución el matraz volumétrico se calienta, enfriar a temperatura ambiente antes de llevar a la marca con el disolvente.

Llenar con disolvente hasta un volumen menor al indicado por la marca de aforo, para hacer el ajuste, se debe mojar todo el cuello con el disolvente a utilizar.

Dejar reposar de uno a dos minutos dependiendo del volumen del matraz antes de completar el ajuste final del menisco.

Completar el volumen con el disolvente hasta la marca de aforo utilizando una pipeta, un gotero o una pipeta Pasteur. Evitar el error de paralaje.

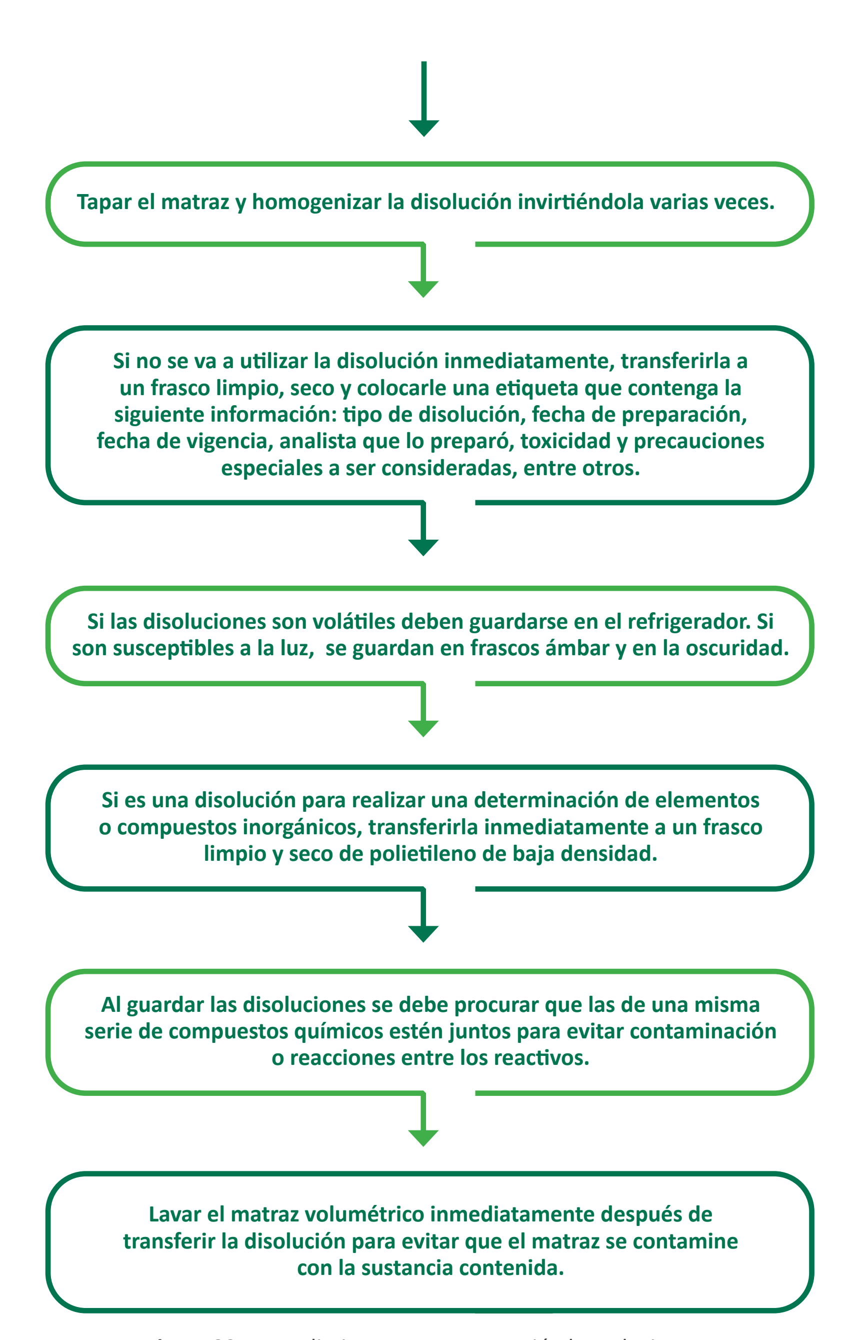



**Figura 32.** Procedimiento para preparación las soluciones.

### 4.7.5. Probetas [7]

Las probetas son instrumentos calibrados para entregar volúmenes variables de líquido. Antes de utilizarlas verifique que su limpieza haya sido adecuada.

A continuación, se sugiere acciones para el uso de las probetas:

- Al llenarlas, se deben inclinar para que el líquido fluya por un solo lado.
- Para terminar, mojar toda la pared interior hasta aproximadamente 20 mm arriba del menisco inclinando ligeramente la misma en todas las direcciones.
- En este caso debe dejarse escurrir alrededor de cuatro minutos antes de completar el ajuste final.
- Si la calibración está hecha para entregar la cantidad indicada, el suministro se hace inclinando gradualmente el recipiente en el cual se transfiere el líquido y evitando en lo posible la agitación y salpicaduras del líquido contenido.
- Al terminar de vaciarse la probeta debe estar en posición casi vertical manteniéndola en esa posición medio minuto, entonces, la gota que queda adherida al borde se añade tocando la superficie mojada del recipiente.
- Cuando las instrucciones de un procedimiento indican alrededor de 5 mL de disolución es buena práctica usar una probeta graduada, sin pretender ajustar con precisión el menisco al volumen especificado.
- Si se usa una probeta para adiciones sucesivas de reactivos diferentes, generalmente se recomienda evitar enjuagar entre añadiduras, siempre y cuando los reactivos no reaccionen entre sí.
- Deberá de conocer si la probeta que está empleando es para contener o para entregar y al usarlas de forma adecuada para evitar errores de medición.

### 4.7.6. Buretas

Las buretas son instrumentos diseñados para entregar volúmenes variables de líquido con mejor exactitud que las probetas.

**[7].** La capacidad de una probeta se define como aquella correspondiente a cualquier línea de graduación expresada en mililitros, cuando es llenada con un volumen de agua a 20°C a la línea de graduación.

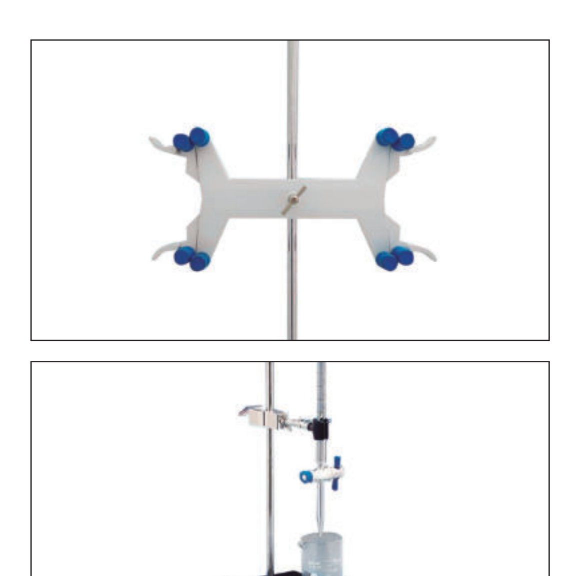


**Figura 33.** Figura de arriba, colocación de la bureta en un soporte universal unido a una agarradera y la Figura de abajo, soporte universal con agarraderas.

Antes de utilizarlos verificar lo siguiente:

- La entrega del líquido debe ser continuo, si la entrega se observa bloqueada parcial o totalmente, verifique la limpieza de la bureta.
- Verificar que la válvula de la bureta sea del tipo de válvula intercambiable, identifique que la válvula de la bureta corresponda al cuerpo de la bureta.
- La bureta debe estar limpia y calibrada.

Una vez corroborado lo anterior, se deben continuar con los siguientes pasos para obtener mejor exactitud en la medición:

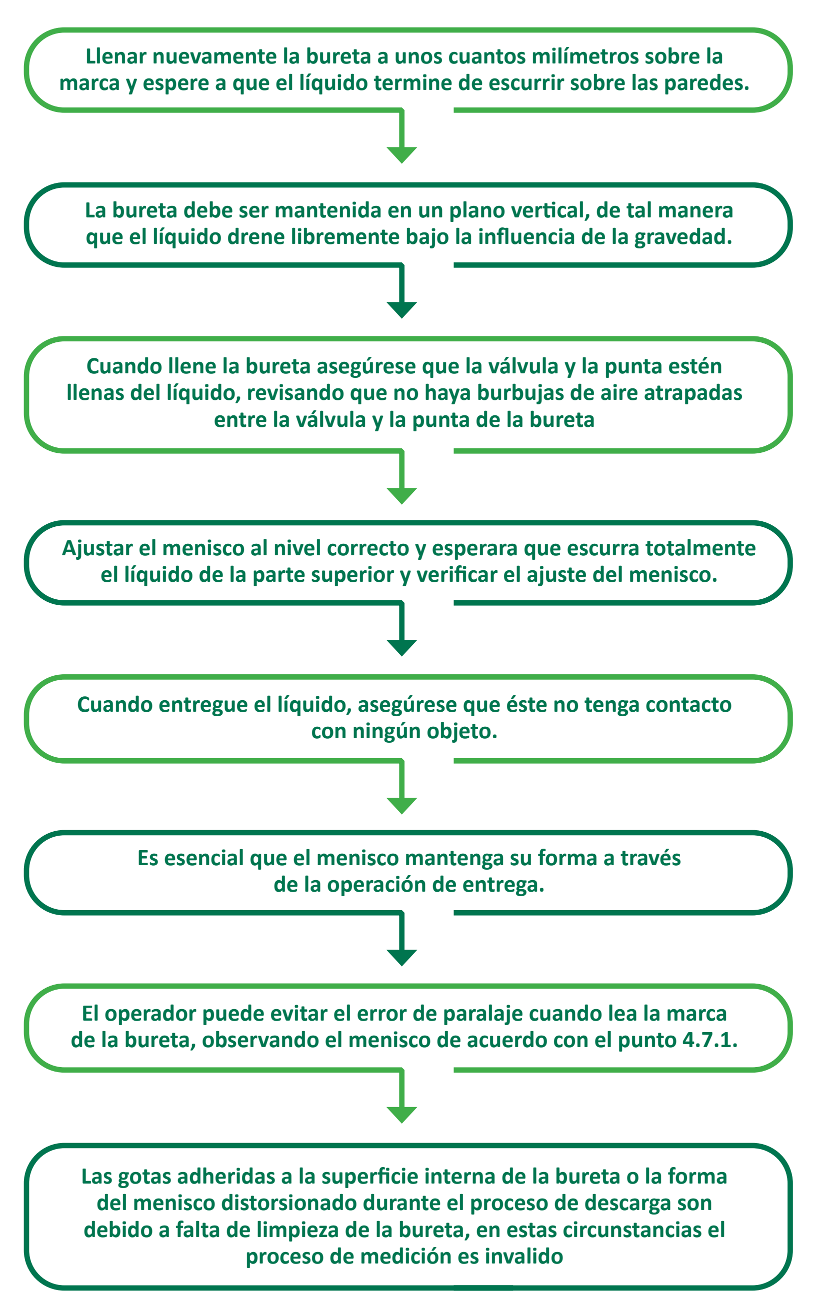



**Figura 34.** Proceso de obtención de lectura en buretas.

## 4.8. VERIFICACIÓN DEL MATERIAL VOLUMÉTRICO

El material de vidrio se verifica usando dos métodos:

**El método gravimétrico:** Para recipientes con capacidad menor de 2 L, para esta verificación se emplea agua desionizada.

**El método volumétrico:** Para recipientes con capacidad mayor a 2 L.

Los materiales de vidrio que requieren ser verificados son: matraces aforados o volumétricos, pipetas volumétricas y buretas dependiendo de la contribución del volumen a la incertidumbre del proceso de medición.

A continuación, se detallan algunas sugerencias:

- Una buena práctica de laboratorio es registrar si el material volumétrico está calibrado o verificado, cuando se realicen determinaciones analíticas.
- Es necesario asegurarse durante el proceso de verificación que las balanzas utilizadas estén calibradas al igual que los termómetros, así mismo se recomienda dejar por lo menos 30 minutos a que se equilibren a las condiciones ambientales: El agua a utilizar, el material volumétrico y todo aquel equipo periférico a ser empleado en la verificación.
- Cuando realice cualquier pesada durante el procedimiento, utilice guantes[8] , para evitar variaciones en el pesado debidas a la grasa de las manos.
- Debe medir la presión atmosférica, temperatura y humedad relativa a la cual se realiza cada medición para efectos de corrección.

### 4.8.1. Buretas

Estos instrumentos están diseñados para entregar volúmenes variables de líquidos.

#### Procedimiento de verificación:

Puede concluir si se corrobora la verificación de dos formas:

A. Estimando la incertidumbre de la repetibilidad del proceso para cada punto y comparar si el valor con su incertidumbre asociada se encuentra en el intervalo formado por la capacidad de la bureta y su tolerancia. Si el valor verificado se encuentra dentro, se corrobora la especificación del proveedor.
B. La diferencia de volumen en la repetición de los valores de volumen no debe ser mayor de 0,01 mL, de lo contrario, repetir el procedimiento o verificar las especificaciones proporcionadas por el proveedor.

[8]. Puede utilizar guantes de algodón o de polietileno

Los procedimientos de verificación de las lecturas de las buretas se describen en la Figura 35.

**La bureta debe estar limpia, seca y mantenida en posición vertical.**

**Llenar la bureta con agua destilada ambas deben estar a la misma temperatura u otra temperatura que esté determinada al momento de realizar la verificación.**

**Ajustar el nivel del agua a la marca de cero.**

**Pese al miligramo más próximo un matraz aforado con tapa esmerilada. Es esencial que este matraz esté completamente seco, sin película acuosa en la tapa.**

**Coloque la punta de la bureta contra el matraz y deje caer luego 20% de la capacidad de la bureta al matraz previamente pesado, asegurándose de que la punta esté por debajo del área de la tapa y contra la pared interna, deje drenare l liquido**

**Tape inmediatamente el matraz, determine y anote la lectura registrada en la escala de la bureta.**

**Vuelva a pesar el matraz tapado. Calcule el peso del agua contenida y determine el volumen real, tomando la lectura de la temperatura del agua en grados Celsius y la presión atmosférica.**



Repita el proceso para entregas de 40, 60, 80 y 100% del volumen total de agua contenida en la bureta llenada cada vez hasta el cero.

Repetir al menos seis veces la serie de mediciones

CALCULAR LAS CORRECCIONES DE VOLUMEN.

Para hacer las correcciones, se debe tomar en cuenta, la masa del agua, la masa del matraz aforado, así como las condiciones de temperatura del laboratorio donde se lleva a cabo la verificación; usando la siguiente ecuación:

$$V\,20 = [M_b - M_c]z$$

Mb es la masa del recipiente lleno hasta el aforo o marca graduada en g; Mc es la masa del recipiente vacio en g y el valor de “z” depende de la temperatura y presión del laboratorio.

**Figura 35.** Verificación de volúmenes con buretas.

Si las buretas son empleadas con disoluciones alcalinas, estas desgastaran las paredes y llegará un punto en el que cambiarían las especificaciones del proveedor por el uso de la bureta.

### 4.8.2. Pipetas

Este procedimiento de verificación se basa en la determinación del peso de agua entregada por la pipeta.

- Asegurarse de la limpieza de la pipeta.
- Utilizar agua destilada a temperatura ambiente 20°C u otra temperatura que está determinada al momento de realizar la calibración.
- Pese un matraz aforado con tapa hasta el miligramo más próximo. El matraz debe estar perfectamente seco y no debe haber agua entre la tapa y el matraz.

- Llene un vaso de precipitado con agua desmineralizada y permita equilibrar la temperatura del agua y vaso a la temperatura ambiente por no menos de 30 minutos. Mida la temperatura del agua al 0,1°C más cercano, así mismo mida la presión atmosférica del laboratorio.
- Llenar la pipeta a unos cuantos milímetros sobre la marca y espere a que el líquido termine de escurrir sobre las paredes.
- Antes de realizar la entrega, limpiar la parte externa de la pipeta con papel absorbente y manteniéndola en posición vertical, ajustar al nivel de la marca.
- Verificar el menisco y esperar que escurra totalmente el líquido.
- La pipeta debe ser mantenida en un plano vertical, de tal manera que el líquido drene libremente bajo la influencia de la gravedad.
- Con la ayuda de un cronómetro, verifique el tiempo de entrega y compárelo contra las especificaciones del proveedor.
- Al transferir el agua destilada al matraz, hay que asegurar que la punta esté en contacto con la pared de éste por debajo de donde estará la tapa. Es importante que la pipeta esté en posición vertical.
- Una vez terminada la entrega, tape el matraz inmediatamente para evitar pérdidas por evaporación. Medir la temperatura del agua al 0,01°C más cercano y volver a pesar el matraz.
- Lleve a cabo mínimo de 6 a 8 pruebas más utilizando diferentes matraces.

Puede concluir si se corrobora la verificación de dos formas:

**A.** Estimando la incertidumbre de la repetibilidad del proceso para cada punto y comparar si el valor con su incertidumbre asociada se encuentra en el intervalo formado por la capacidad de la pipeta y su tolerancia. Si el valor verificado se encuentra dentro, se corrobora la especificación del proveedor.
**B.** Revisando la diferencia de volumen en la repetición de los valores de volumen no debe ser mayor a 0,01 mL y si la diferencia es mayor de 0,01 mL, repetir el procedimiento o verificar las especificaciones proporcionadas por el proveedor.

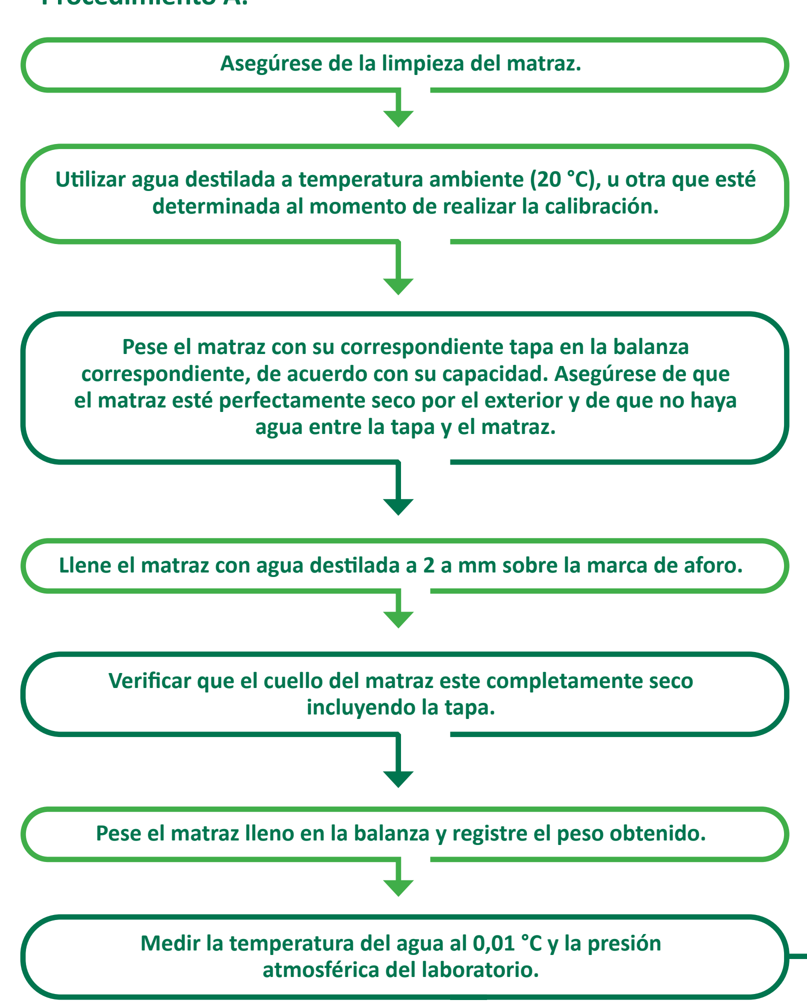
- Calcular las correcciones de volumen y usar el promedio de las pesadas para calcular el volumen de la pipeta.

### 4.8.3. Matraces volumétricos

Para la verificación de los matraces existen dos métodos:

**A. El procedimiento A**, el cual es el más sencillo y común.
**B. El procedimiento B**, que implica una mayor fuente de errores por lo que su uso no es recomendable, pero puede usarse como método para confirmar la calibración.

**Procedimiento A:**



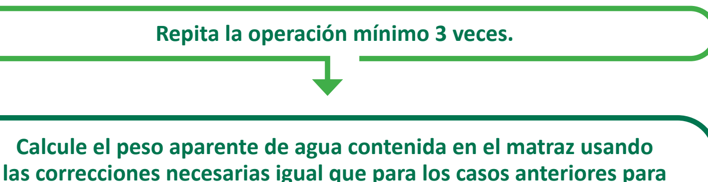



**Figura 36.** Procedimiento A.

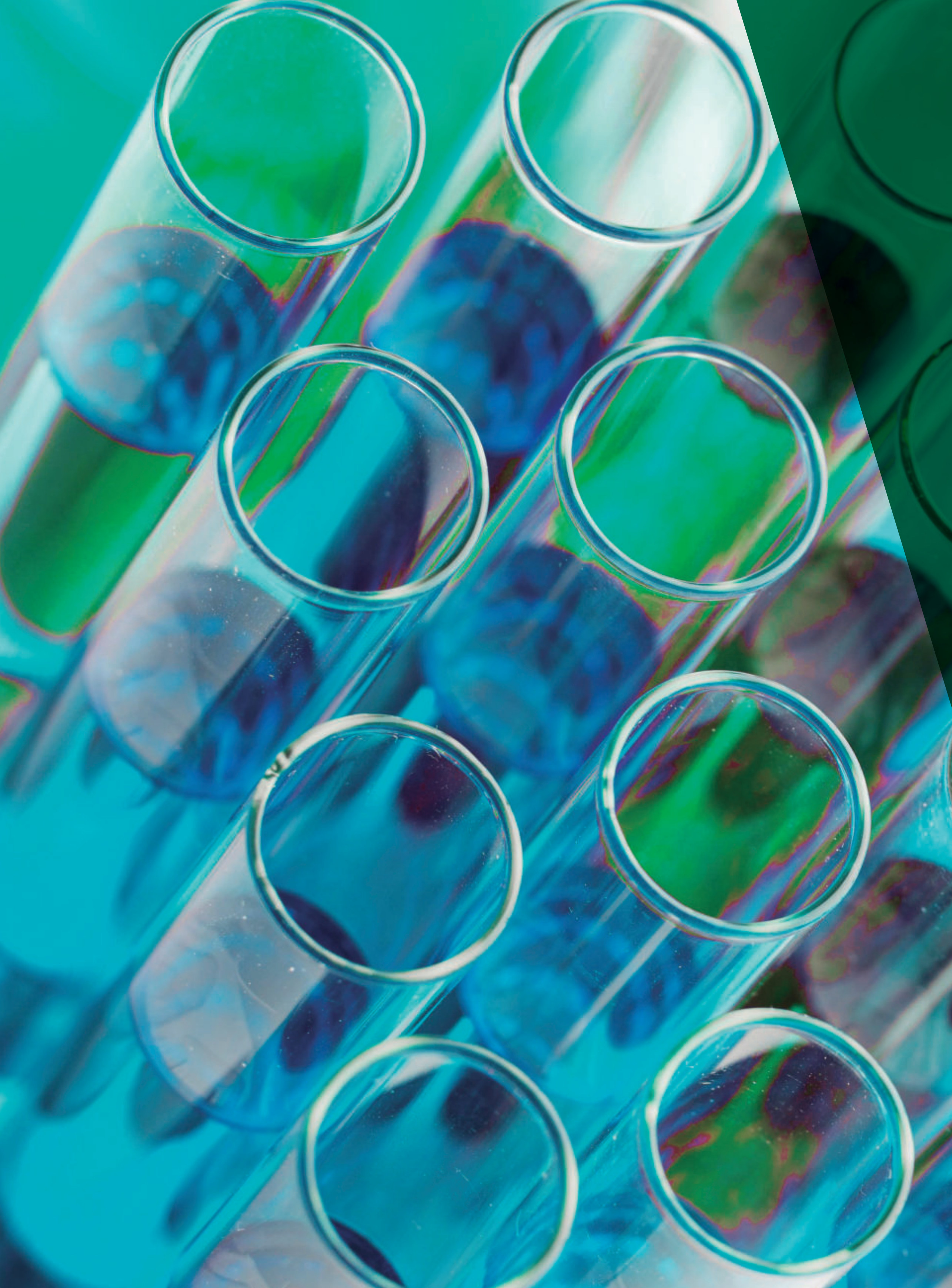
## Procedimiento B:

- En este método se utiliza una pipeta calibrada. Por ejemplo, si se desea verificar un matraz de 250 mL, se utiliza una pipeta volumétrica de 50 mL para introducir cinco medidas de agua destilada.
- Este procedimiento es igual que para la verificación de las pipetas salvo que se llena totalmente el matraz aforado hasta obtener el volumen reportado por el matraz.
- Al final el nivel del agua debe estar precisamente tangente a la marca de aforo del matraz.
- Si el nivel no se encuentra en la marca, se puede fijar la nueva posición de la marca, ignorando el aforo de manufactura.
- Si se quiere usar la marca de manufactura y el nivel se encuentra por debajo, se emplea una pipeta graduada de 1 mL, con divisiones de 0,01 mL, para hacer un ajuste final. El volumen del matraz es la suma de los volúmenes de las pipetas volumétrica y graduada.
- Si el nivel queda sobre la marca, hay que sacar un poco de agua. Usar la pipeta graduada, con una cantidad de agua conocida, retire un poco más del agua necesaria, ajuste al nivel de aforo.

## Nota:

Para corroborar el valor de especificación sea bajo el procedimiento A o B, se puede estimar la incertidumbre de la repetibilidad del proceso, compararse el valor con su incertidumbre asociada, y si se encuentra en el intervalo formado por la capacidad del matraz volumétrico y su tolerancia.

Si el valor verificado se encuentra dentro, se corrobora la especificación del proveedor. La diferencia de volumen en la repetición de los valores de volumen no debe ser mayor de 0,01 mL, y si la diferencia es mayor de 0,01 mL, repita el procedimiento o verifique las especificaciones dadas por el proveedor.





# V

## MATERIALES DE REFERENCIA

## CAPÍTULO V

# MATERIALES DE REFERENCIA

...

En química, los materiales de referencia son los patrones de comparación empleados para todas las mediciones de cuantificación, de validación de métodos y calibración de instrumentos, tal como se aprecia en la Figura 37.




**Figura 36.** Materiales de referencia para calibración de instrumentos.

Para asegurarnos de un nivel de confianza alto de los resultados analíticos de los diferentes ensayos en un laboratorio químico se deben tomar en cuentas las siguientes consideraciones:

- Analizar submuestras del mismo material homogéneo bajo diferentes condiciones, pero usando el mismo instrumento.
- Las condiciones seleccionadas deberán dar los mismos resultados.
- Determinar la recuperación de cantidades conocidas de algún analito agregado a la disolución de la muestra. Tener en cuenta que lo mencionado no es totalmente confiable, debido a que algunos elementos, cuando son agregados como disoluciones se comportan de manera diferente a aquella en la que están presentes de forma natural en la matriz de la muestra, debido a que se encuentran en formas químicas diferentes.

- Analizar submuestras del mismo material por dos o más métodos independientes que difieran tanto a nivel teórico como experimental. Los resultados deben coincidir.
- Este mecanismo presenta la desventaja que si los resultados no coinciden, ¿Cuál de ellos es el correcto? o ¿Son los dos erróneos?, además, el análisis de las muestras por dos o más métodos implica tiempo y un incremento en el costo de los servicios analíticos.

Muchos laboratorios evalúan la exactitud de sus resultados analíticos mediante el uso de material de referencia certificado (MRC).

Además, es muy importante conocer que un sistema de medición de base exacta requiere:

- Un método analítico validado para dar resultados confiables.
- Un MRC de la misma matriz, certificado para los elementos o compuestos a determinar.

### ¿Qué es un material de referencia certificado? Y ¿Para qué sirve?

Material de referencia acompañado de un certificado, para el cual el valor de una o de varias de sus propiedades se ha certificado por medio de un procedimiento que establece su trazabilidad a una realización exacta de la unidad en que se expresan los valores de la propiedad y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel de confianza declarado.

Tales propiedades permiten su uso en el proceso de validación de un método, la calibración de un instrumento para establecer la trazabilidad de los valores resultado de métodos de medición y asegurar la calidad en sistemas de medición de aseguramiento y control de calidad.

En mediciones químicas esta definición corresponde a la descripción de una disolución o sustancia, que se encuentra caracterizado uno o más analitos por métodos analíticos validados por un organismo técnicamente competente.

Este tipo de materiales deben ser utilizados para trabajo de laboratorio rutinario en el aseguramiento y control de calidad, son útiles en verificaciones ocasionales para la determinación, mantenimiento y mejoramiento de la exactitud del método. Se pueden usar como referencia para comparaciones interlaboratorio o evaluar el desempeño analítico de un analista en la determinación de un análisis.

## 5.1. CLASIFICACIÓN DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS

Los MRC se clasifican de la siguiente manera:

### A. En base a su aplicación.

Existen tres tipos de MRC: Composición química, propiedades físicas y materiales de ingeniería.

### B. En base a su composición química y a su matriz.

Existen tres tipos básicos de MRC que se usan en mediciones químicas: sustancias puras, disoluciones para calibración y materiales de matriz natural.

**Sustancias puras:** Una sustancia pura es nominalmente, un material de referencia (MR) consistente en una entidad simple. Los MR se usan típicamente para preparar disoluciones de referencia y asignar valores a materiales de referencia de matriz natural. Ejemplo: materiales puros.

**Disoluciones para calibración:** Una disolución calibrante es un MRC preparado como una mezcla de un diluyente con un material de composición química conocida.

**Materiales de matriz natural:** Un material de matriz natural es un material de composición similar al analito o muestra a determinar.

### C. En base a su forma y aplicación instrumental.

Forman parte de esta clasificación los líquidos, sólidos, metales, gránulos y gases.

**Líquidos:** Son disoluciones espectrométricas elementales.

**Sólidos:** Los MRC se emiten en forma apropiada para el método de análisis, de esta forma tenemos que, para la misma composición de un acero, los MRC se encuentran en diferentes presentaciones en forma sólida.

**Metales:** Se encuentran las aleaciones, metales de alta pureza y polvos de matriz natural.

**Gránulos:** En forma de sales.

**Gases:** Se usan como gases de alta pureza o mezclas de gases.

## 5.2. CARÁCTERÍSTICAS QUE DEBEN CUBRIR LOS MATERIALES DE REFERENCIA

- Deben tener consistencia en composición de acuerdo con su uso.
- Deben ser homogéneos.
- Deben tener estabilidad en los valores de las propiedades durante su almacenamiento.

## 5.3. TRAZABILIDAD AL SISTEMA INTERNACIONAL DE UNIDADES

La trazabilidad del resultado de una medición está relacionada con la diseminación de la unidad correspondiente a la magnitud que se mide. La expresión del valor de una magnitud incluye la referencia a una unidad de medida, la cual ha sido elegida por acuerdo, y por tanto, las medidas de la misma magnitud deben estar referidas a la misma unidad. Aun cuando la definición de trazabilidad no impone limitaciones sobre la naturaleza de las referencias determinadas, es conveniente lograr la uniformidad relacionada al Sistema Internacional de Unidades (SI), las cuales ya han sido acordadas en el marco de la Convención del Metro. En Perú, es obligatorio el uso del Sistema General de Unidades, el cual contiene a las unidades del Sistema Internacional[9].

Los elementos de la trazabilidad en este tipo de mediciones son:

**A.** El resultado de la medición cuyo valor es trazable. La trazabilidad es hacia el SI, mediante los valores de los MRC con su incertidumbre.

**B.** Las referencias determinadas a patrones nacionales o internacionales. Los valores de los patrones de trabajo deben ser trazables a valores de los MRC nacionales o internacionales.

**C.** Cadena ininterrumpida de comparaciones. Se deberá contar con una carta de trazabilidad o esquema en que se evidencie la utilización de MRC trazables al SI.

**D.** El valor de la incertidumbre de las mediciones en cada comparación debe contar con los valores y las incertidumbres estimadas.

**E.** La referencia al procedimiento de calibración o método de medición química en cada comparación preferentemente.

**F.** La referencia al organismo responsable de la calibración, de la certificación del material de referencia, de la realización del método de referencia, o del sistema de medición de referencia, en cada comparación.

Existen algunas medidas definidas por mediciones dependientes del método de medición, en tales casos la trazabilidad del valor del resultado está establecida por el método por medio de la utilización de MRC en la etapa de cuantificación y trazabilidad al SI de cada una de las magnitudes que intervienen en el cálculo del valor del mensurando.

---

**[9].** Guía técnica sobre trazabilidad e incertidumbre en las mediciones analíticas, que emplean las técnicas de espectrofotometría de absorción atómica y de emisión atómica con plasma.

En la Figura 38, se muestra el diagrama general flexible de trazabilidad en mediciones analíticas donde se muestra cómo se establece la trazabilidad empleando MRC y métodos de medición. Como se aprecia en el en el diagrama, la función de cada componente es transferir exactitud al nivel inmediato inferior, esto ayuda a asegurar la comparabilidad de las mediciones. Si se procede la relación al nivel inmediato superior, los requerimientos de exactitud se incrementan a expensas de disminuir la eficiencia de medición. Los métodos localizados en la parte superior son llamados métodos potencialmente a ser métodos primarios, de los cuales se obtienen los valores más exactos de medición comparado con los otros métodos, ubicados en la parte inferior del esquema llamado método de campo.

La definición de método primario en la medición en el SI es el que tiene la más calidad metrológica, cuyo modelo de ecuación matemática y realización se describen y se entienden completamente en términos de las unidades del Sistema Internacional. El uso de un método primario de referencia muestra el valor de una magnitud sin referencia a un patrón de la misma magnitud y el uso de un método primario relativo evidencia el valor de un cociente de dos valores de la misma magnitud sin referencia a un patrón de la misma magnitud.

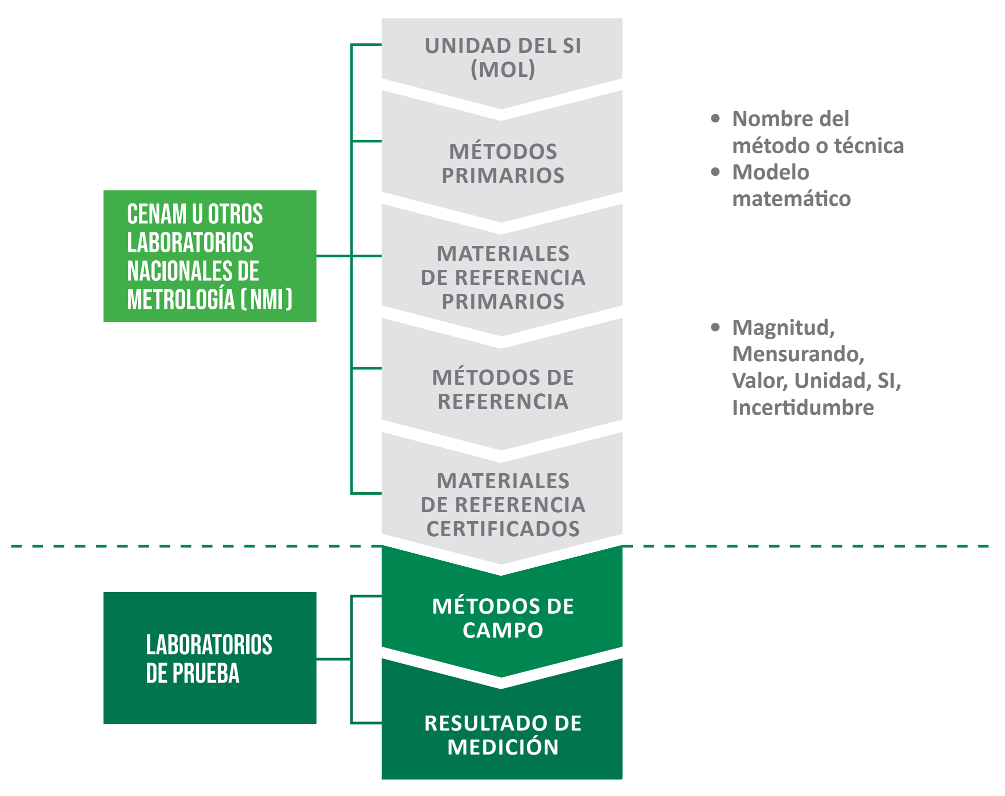



**Figura 37.** Diagrama general flexible de trazabilidad en mediciones analíticas.

En ambos casos teniendo en cuenta el uso de los métodos primarios, los resultados deben ser acompañados por la incertidumbre.

La demostración esquemática de la trazabilidad se da a través de las cartas de trazabilidad de un método de medición.

La Figura 38 muestra que las figuras rectangulares muestran los MRC, la magnitud, las medidas, las unidades, la incertidumbre de medición y en las figuras ovaladas muestran los métodos de medición o técnica empleada y el modelo matemático. Adicionalmente, también es necesario tener las referencias a las calibraciones de los instrumentos de medición, los cuales son puntos críticos en el proceso de medición.

## 5.4. USO DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA

En general, como ya se mencionó, los objetivos del uso de los materiales de referencia van enfocados a asegurar la calidad de las mediciones analíticas en los laboratorios analíticos dedicados a mediciones químicas analíticas.



**Figura 38.** Material de referencia primario de Cromo.

A continuación, se describe los diferentes tipos de usos de los materiales de referencia:

### A. Desarrollo y evaluación de métodos de medición analítica.

- Verificación y evaluación de la precisión y exactitud de los métodos de pruebas analíticas, así como de los datos experimentales.
- Desarrollo de métodos de pruebas analíticos de referencia.
- Evaluación de métodos de campo analíticos.
- Validación de métodos analíticos para uso específico.

## B. Establecimiento de la trazabilidad de las mediciones analíticas.

- Desarrollo de un material de referencia secundario.
- Desarrollo de protocolos de trazabilidad.
- Uso directo de campo.

## C. Aseguramiento y control de calidad de las mediciones analíticas.

- Calibración de instrumentos analíticos de acuerdo con la metodología a emplear.
- Aseguramiento de la calidad interna (Intra laboratorio).
- Aseguramiento de la calidad externa (Inter laboratorio).

Ejemplos de usos de los materiales de referencia (Figura 40).



**Figura 39.** Uso del material de referencia secundario en medición de la concentración de K.

Se emplean en los programas de evaluación de los analistas con la finalidad de evaluar el desempeño de un analista al ejecutar el procedimiento de un método analítico antes de realizar mediciones rutinarias.

- Con el propósito de certificar los procedimientos de caracterización y ejecutar confiablemente sus pruebas se selecciona el material de referencia certificado correspondiente a la muestra que se analizará. Se efectúa las pruebas analizando simultáneamente la muestra y el material de referencia, que en este caso se le denomina "material de referencia de control" y posteriormente se evalúa los resultados obtenidos con respecto a los valores certificados del MRC utilizado.
- Los materiales de referencia se emplean en las pruebas de inter-comparación de laboratorios, para evaluar el nivel de desempeño de los analistas de los laboratorios participantes, con la finalidad de validar y certificar nuevos métodos analíticos, que aseguren análisis de calidad.
- Los materiales de referencia que se emplean en la calibración del equipo de análisis a utilizar para verificar el desempeño analítico del equipo y las condiciones óptimas operativas. Por ejemplo: en la calibración de un pHmetro, tal como se muestra en la Figura 41, se realiza a través de materiales de referencia validados.




**Figura 40.** pHmetro y la solución a calibrar a un pH 7.

## 5.5. CONSIDERACIONES PARA SELECCIONAR UN MATERIAL DE REFERENCIA (MR)

Cuando se realiza una determinación analítica se debe de tener en cuenta la selección adecuada del MR a emplear, ya que de ello dependerá la exactitud de los resultados y por lo tanto la calidad.

Para seleccionar los MR deben tomarse en cuenta las siguientes consideraciones:

- Similitud entre la matriz del MRC con la de la muestra.
- Similitud de la concentración del componente a analizar en el MRC con el componente de la muestra.

- Incertidumbre de las concentraciones certificadas sea compatible con las que la requerida para el enfoque de su uso.
- La técnica analítica para utilizar, por ejemplo, si se utiliza espectrometría de fluorescencia de rayos X requiere una serie de MR en forma de barra para obtener una curva de calibración. Cabe señalar, que los materiales de referencia deben tener matriz similar a la de la muestra a analizar, para obtener resultados aceptables.
- El estado físico del MR en forma de gas, líquido o sólido deben ser similares al de la muestra.

La similitud de las matrices es la consideración principal en la elección de un MR puesto que una matriz diferente a la requerida ocasionará interferencias que pueden no estar presentes en la muestra a analizar y esto llevaría a una determinación errónea.

Debido a que en algunos casos es prácticamente imposible encontrar un MR que se ajuste exactamente a la composición de las muestras a analizar, el juicio profesional y la experiencia del analista son fundamentales en la selección del material de referencia más apropiado. A pesar de estas limitaciones, se considera que el uso de materiales de referencia es una de las mejores comparaciones para conferir exactitud a las mediciones.

Sin embargo, la mayoría de los materiales de referencia han sido desarrollados como resultado de las necesidades existentes en los laboratorios de los países que los fabrican y se ha puesto énfasis en proporcionar matrices que son típicas o que pueden satisfacer propósitos genéricos en un país. De aquí la importancia que tiene el desarrollo de los materiales de referencia requeridos para las necesidades de los laboratorios del país, con la finalidad de responder a las necesidades específicas de los laboratorios que realizan mediciones analíticas confiables.

## 5.6. CONTROL DE LOS MATERIALES DE REFERENCIA

Los materiales de referencia certificados o no utilizados para análisis químicos son uno de los componentes del sistema analítico que necesitan control dentro de un programa de aseguramiento de calidad.

A continuación, se citan los principales cuidados que deben tenerse en el manejo de los MRC:

- Los materiales de referencia se deben manejar con sumo cuidado. Cada MRC debe contar con un procedimiento de uso, el cual debe seguirse con la finalidad de que su uso sea confiable.

- Nunca se debe regresar un material al recipiente que lo contiene, el cual debe ser considerarlo como un residuo.

- Considerar las condiciones especiales de almacenamiento para cada uno de los diferentes tipos de materiales de referencia, que pueden ser temperaturas bajas o atmósfera inerte para conservar las propiedades originales del material.

- Se debe establecer una libreta de control para el uso del material de referencia primario, el cual deberá contener el nombre del material, peso inicial, pureza y procedencia.

- Cada vez que se utilice el material de referencia se debe registrar la cantidad tomada, el nombre del analista, la fecha y el resto del material existente.

- Considerar la fecha de caducidad, ya que una vez caducó, pierde sus características certificadas.



0
100
200
300
400
500
600
700
800
800
700
600
500
400
300
200
920.57

# VI

## BALANZAS



CAPÍTULO VI

# BALANZAS

...

## 6.1. ASPECTOS GENERALES

Un instrumento estándar moderno es la balanza electrónica, ésta posee menor número de fallas mecánicas y una menor sensibilidad a las vibraciones.

Debido a la sensibilidad de las balanzas, estas deberán encontrarse en condiciones adecuadas para su funcionamiento.

El lugar destinado a colocarlas debe cumplir con los siguientes requerimientos:

- Las balanzas deben estar colocadas en un ambiente que esté expuesta a la menor cantidad de vibraciones, que tenga un solo acceso y el mínimo número de ventanas.
- Las balanzas deben estar colocadas sobre una mesa de concreto, libre de vibraciones y protegida contra la electricidad estática.
- La temperatura ambiente debe mantenerse con un intervalo de variación pequeño.
- La humedad relativa debe oscilar entre 40 a 60%.
- Evitar la radiación solar directa.
- La puerta debe ser corrediza y estar cerrada durante el trabajo.
- El ambiente y la mesa de balanzas es para uso exclusivo para este fin.




**Figura 41.** Disposición de balanza en laboratorio.

Al utilizar una balanza se deben de cuidar los siguientes aspectos:

- Verificar que la burbuja de nivel de la balanza se encuentre centrada.
- Que la balanza se encuentre limpia.
- Se debe de realizar la calibración interna diaria para balanzas que cuenten con este dispositivo y una verificación con la pesa del 50 y 100% de la capacidad de la balanza.
- Al emplear las balanzas se debe procurar cerrar lentamente las puertas de corta aire, ya que los movimientos bruscos pueden causar desajustes sobre todo en las micro balanzas.
- La frecuencia de calibración dependerá de su uso.
- Se debe realizar un programa de mantenimiento de las balanzas de acuerdo con la frecuencia del uso en el laboratorio.
- La balanza (Figura 43) al igual que todos los equipos instrumentales del laboratorio deberán de contar con una bitácora en la que se anoten las calibraciones realizadas, mantenimiento y toda aquella información relacionada con el equipo, así mismo deberá de contar con información sobre el modelo del equipo, marca, número de serie, fecha de adquisición, etc.




**Figura 42.** Balanza analítica.



**Figura 43.** Tiempo de estabilización.

## 6.2. DETERMINACIÓN DEL TIEMPO DE ESTABILIZACIÓN

Para realizar la determinación de masa es necesario saber después de cuánto tiempo se debe tomar la lectura de la balanza, para lo cual es necesario determinar su tiempo de estabilización.

Para llevar a cabo esté procedimiento se requiere de un conjunto de pesas, en el cual se deberá seguir los siguientes aspectos:

- Conecte la balanza y déjela encendida sin ninguna actividad aproximadamente por 30 minutos con la finalidad de que sus componentes internos adquieran la temperatura de trabajo.
- Tarar la balanza, presionando el botón T/0, y aparecerá un indicativo “response” y la pantalla de lectura indicará 0.0000 g.
- Abrir una de las puertas de vidrio, para colocar la masa con pinzas de teflón, las cuales son pesas diferentes a las usadas en el uso diario ubicándola en el centro del platillo. Cerrar las puertas de vidrio de la cabina de pesaje cuidadosamente.
- Luego de colocar la masa patrón, esperar 5 segundos (Figura 44) que la lectura se estabilice para leer el valor de la pantalla, registrándolo.
- Repetir la operación para tres pesas patrón con repeticiones de 10 veces cada una.
- Graficar los datos obtenidos.

## 6.3. VERIFICACIÓN COTIDIANA DE LA BALANZA

En este método se verifica la balanza de manera cotidiana para laboratorios que realizan trabajo rutinario, como buena práctica de laboratorio. Sin embargo, la calibración de la balanza con un organismo certificador es obligatorio por lo menos una vez al año.

Para realizar la verificación se comparará contra los valores de incertidumbre de las pesas patrón usadas en la verificación cotidiana. Es aplicable otro criterio de aceptación de verificación de la balanza diferente al mostrado en esta sección, el cual puede ser consultado en documentos de metrología.

**m = m - d**

**Donde:**

**m=** Corresponde a la lectura de la balanza para la pesa patrón en el tiempo de estabilización.
**d=** Es el promedio de las derivas d1 antes de introducir la pesa patrón y después de desalojar de la balanza la pesa deriva d2.

Si la diferencia entre los promedios del valor de la pesa patrón al inicio y al final se encuentra dentro del intervalo de incertidumbre reportado en el certificado de calibración, la medición de masa es válida.

Se recomienda realizar balanzas de control para ver el comportamiento de la balanza. Graficando la masa de la pesa o pesas patrón utilizadas para verificación cotidiana de la balanza contra los pesos proporcionados en el certificado de calibración.

## 6.4. TIPOS DE PESADA

El método de pesada depende de las balanzas y masas disponibles, de los requerimientos del trabajo y en parte de la experiencia de la persona que ejecuta la prueba.

Hay 3 métodos de pesaje:

### 6.4.1. Pesado directo

Este método se usa para colocar directamente el objeto sobre el platillo de la balanza, cuando no se necesita ninguna protección de este último.

- Ajustar la balanza a cero y luego, colocar el objeto a pesar sobre el platillo.
- Es necesario no manipular los objetos directamente con los dedos, se deben utilizar pinzas o guantes de material plástico para evitar contaminar los materiales y/o protección personal.

### 6.4.2. Pesado por agregado

- Pesar una pesa filtros o el recipiente en el cual se va a pesar, luego se añade la cantidad deseada de muestra y el aumento de la pesada corresponde al peso de la muestra.
- Utilizar una cucharilla redondeada para evitar que se tiren los materiales que se resbalan fácilmente de las superficies lisas como las de las espátulas planas.

### 6.4.3. Pesado por diferencia

Es muy útil cuando se quieren pesar varias muestras de cantidades similares. Es la mejor forma de pesada cuando es necesario proteger la muestra de una exposición excesiva a la atmósfera o cuando el material es higroscópico.

- Se utiliza una pesa filtros con tapa que contenga suficiente material para todas las muestras que se van a pesar.
- Pesar exactamente la pesa filtros con su contenido en la balanza analítica.
- Transferir la muestra al primer matraz receptor.
- La pesa filtro tapado se vuelve a pesar para ver cuánto se ha transferido realmente.
- Una vez que se logra un tamaño de muestra satisfactorio se pesan las demás.

### 6.4.4. Pesado de muestras líquidas

- Las muestras líquidas pueden pesarse por adición o por diferencia.
- Las muestras líquidas se pesan en recipientes cerrados para evitar evaporación.
- Es posible las muestras líquidas sean pesadas en jeringas, siempre y cuando este material sea previamente lavado como se indica en limpieza de materiales.

## 6.5. CALIBRACIÓN

La frecuencia de calibración estará definida por el usuario previa demostración de que la balanza se encuentra en condiciones óptimas de trabajo en el lapso establecido.

Para la calibración, se deberá tomar en cuentas las siguientes indicaciones:

- El equipo debe estar ubicado sobre una superficie lisa, sin vibraciones y bien nivelada.
- En el interior de la balanza se encuentra una "burbuja de nivelación" la cual deberá mantenerse al centro del lente de observación. Para regular la burbuja en el centro del lente, realizar ajustes en los soportes de asiento posteriores.
- El platillo de la balanza deberá mantenerse limpio, al igual que la cabina interior de pesado. En caso de la presencia de salpicaduras de reactivos deberá limpiarse con un pincel de pelo de camello y con un algodón humedecido en alcohol etanol o isopropílico.
- Definir al menos tres valores de masa, alto, medio y bajo para realizar la comprobación de manera que los mismos cubran el rango de trabajo en que se utiliza la balanza.
- La comprobación de la balanza deberá efectuarse con cada uso. Se realizará dos pesadas de la masa patrón según el rango de uso.
- Se contará con un juego de pesas calibradas de acuerdo con lo indicado por la Organización Internacional de Metrología Legal.

## 6.6. CUIDADOS GENERALES EN EL USO DE LAS PESAS PATRÓN

Los cuidados de las pesas patrón que se utilizan en un laboratorio primario o secundario debidamente acreditado y con trazabilidad comprobada son las siguientes:

- Manipular las pesas con pinzas o guantes, nunca con las manos, ya que, al contacto con la grasa de los dedos, estas pueden sufrir alteraciones del peso nominal para el que fueron diseñadas y deterioran la composición de las masas.
- No permitir que éstas sufran caídas, ya que las caídas deterioran la masa y afectan el valor para el cual fueron diseñadas.
- Limpiarlas con acetona o etanol cuando por accidente estén en contacto con las manos, así como cuando la acumulación de polvo o suciedad sea considerable.
- Deben almacenarse en las cajas diseñadas para las mismas a una temperatura controlada y protegidas del polvo del medio.



# VII

## TERMÓMETROS

CAPÍTULO VII

# TERMÓMETROS

...

La inmersión de termómetros de líquido en vidrio se establece en el momento de diseñar o construir este tipo de termómetros.

Se conocen tres tipos, los termómetros de inmersión total, parcial y completa, cuyo diseño de acuerdo a su profundidad de inmersión (Figura 45):

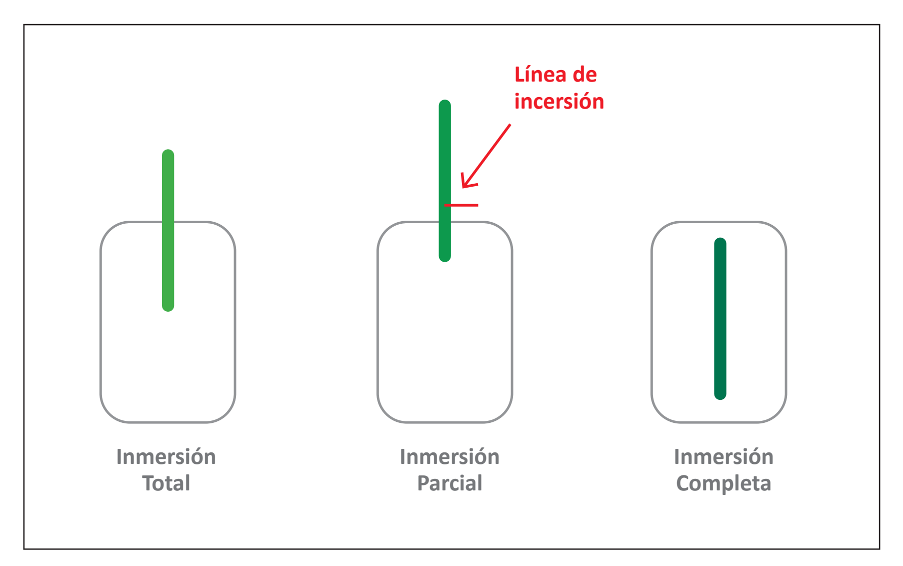



**Figura 44.** Tipos de termómetro.

## Termómetros de inmersión total

Están diseñados para indicar correctamente valores de temperatura cuando el bulbo y toda la columna del líquido se sumergen en el medio donde se requiere determinar la temperatura.

### Termómetros de inmersión parcial

Indica correctamente valores de temperatura cuando el bulbo y una porción especificada del capilar son sumergidos en el medio. La línea de inmersión nos indica precisamente la profundidad de inmersión de estos termómetros. La parte de la columna no expuesta a la temperatura que se desea medir se conoce como columna emergente.

### Los termómetros de inmersión completa

Se usan completamente sumergidos en el fluido. Su aplicación no está muy generalizada. Para mediciones de gran exactitud lo mejor es utilizar termómetros de inmersión total.

## 7.1. CALIBRACIÓN DE TERMÓMETROS

Existen dos métodos para hacer calibraciones de termómetros de líquido en vidrio.

**A.** Por comparación: en este método se utilizan un termómetro patrón de resistencia de platino para la comparación del termómetro a calibrar.

**B.** Por inspección visual y por comparación contra termómetros patrones calibrados en baños termostáticos y dispositivos auxiliares según se indica en A.1.2.2 de la Norma Metrológica Peruana NMP 018:2013.

En el caso de un termómetro de resistencia de platino y de los termómetros patrón de mercurio se realizará la calibración tomando como referencia los procedimientos de la Entidad Mexicana de Acreditación (EMA, 2008).

## 7.2. CUIDADOS EN EL MANEJO DE LOS TERMÓMETROS DE MERCURIO

Los termómetros de líquido en vidrio son instrumentos frágiles y, por lo tanto, deben usarse con cuidado para evitar romperlos.

A continuación, se hacen algunas recomendaciones en su uso:

- Evitar choques de los termómetros.
- Transportarlos cuidadosamente utilizando papel seda para amortiguar los golpes, inmediatamente después introducirlos en una caja de cartón o madera.
- Mantenerlos en posición vertical cuando no se estén usando, debido a que el mercurio tiende a separase y varían las lecturas del termómetro.

- Verificar que no se oxide el mercurio. Se detecta cuando éste tiende a obscurecerse, pero como es casi imperceptible se debe observar con un microscopio óptico.
- No exponerlo a los rayos solares.
- No usarlo más allá de la temperatura reportada.
- Evitar su uso cuando la graduación sea deficiente.
- Evitar el error de paralaje al hacer la lectura, ésta debe hacerse colocando el termómetro vertical y perpendicularmente a la vista.
- Se debe verificar después de cada calibración el punto crioscópico a una temperatura de 0 °C mediante un baño de hielo.



**Figura 45.** Lectura de termómetro para determinación de textura de suelos.

## 7.3. CALIBRACIÓN DE MEDIDORES DE pH

La acidez y la alcalinidad son parámetros que deben ser apropiadamente medidos y controlados tanto en los procesos industriales como en los de investigación.

Muchos aspectos deben de considerarse, pero principalmente la calibración del sistema de medición, la cual se lleva a cabo utilizando disoluciones amortiguadoras de pH certificadas.

A continuación, se describen algunos pasos generales en el proceso de calibración del sistema de medición de pH.

- Elija dos puntos de pH, entre los cuales se encuentre el pH de la muestra que se va a medir, de tal manera que la muestra quede en un punto intermedio de los dos puntos de pH empleados en la calibración, de tal manera que este sea un intervalo pequeño (aprox. 3 unidades de pH de diferencia). Por ejemplo, si se tiene una muestra con un pH de 5 se deberá de tomar una disolución amortiguadora de pH ≈ 4 y otro pH ≈ 7 y con éstas calibrar el sistema de medición; de esta manera el pH determinado en la muestra quedará en un punto intermedio y se evitará que la determinación se realice en las zonas de desviación de la linealidad.
- Verifique que la temperatura de las disoluciones amortiguadoras y de la disolución a la cual se le va a determinar el pH sea la misma.
- Ajuste el control de temperatura a la temperatura de trabajo. Si esto no es posible, determine la temperatura a la cual se realizó la calibración y en base a esto realice las correcciones que sean necesarias; sin embargo, recuerde que las correcciones son meramente aproximaciones e incrementan sensiblemente la incertidumbre.
- Enjuague siempre el electrodo antes de realizar cualquier medición, utilice agua destilada y retire el exceso y si es posible, enjuáguelo también con un poco de la muestra que se va a medir.
- Ajuste el control de calibración del instrumento hasta que la lectura de pH concuerde exactamente con el pH de la primera disolución amortiguadora certificada.
- Enjuague el electrodo, colóquelo en la disolución amortiguadora de pH mayor. La lectura obtenida debe ser exactamente la indicada en la disolución amortiguadora, si no es así, ajustar la lectura utilizando el control “slope”.
- Enjuagar nuevamente el electrodo. Inmediatamente mida el pH de la muestra.
- Cada vez que se haga una medición de pH se debe realizar el mismo procedimiento de calibración.
- Si la calibración es en el mismo día, y la siguiente determinación de pH está dentro del intervalo calibrado, puede únicamente verificarse el equipo con una disolución de pH conocido. Si la lectura es correcta, el sistema puede seguir siendo empleado, si la lectura es incorrecta, deberá calibrarse nuevamente.
- Cuando no se use el electrodo se debe mantener sumergido en la solución que el fabricante del electrodo recomiende regularmente disolución amortiguadora de pH 4.
- Revisar constantemente que la disolución saturada y los cristales de cloruro de potasio (KCl) en el electrodo de vidrio siempre estén al nivel indicado (Figura 47).
- Evitar que las disoluciones amortiguadoras de referencia se contaminen, así como la disolución en que se encuentra sumergido el electrodo.



**Figura 46.** Medidor de pH y materiales de referencia para calibración.

## 7.4. MEDIDORES DE CONDUCTIVIDAD ELECTROLÍTICA

La cantidad total de iones presentes en una disolución se determina por medio de la conductividad eléctrica.

Para determinarla, se utilizan conductímetros o medidores de resistencia eléctrica. Estos instrumentos se calibran contra una disolución de KCl o NaCl con un valor de conductividad eléctrica certificado de un Materiales de Referencia Certificados. El valor de conductividad eléctrica de estas disoluciones debe estar de acuerdo al intervalo de conductividad en que se esté midiendo. La información detallada para la calibración debe ser proporcionada por el proveedor del instrumento.

A continuación, se detallan algunas sugerencias:

- Verificar que la temperatura de la disolución patrón sea la misma que la temperatura de la muestra.
- Enjuagar siempre la celda de conductividad antes de realizar cualquier medición utilizando de preferencia agua Tipo 1.




**Figura 47.** Conductímetro y materiales de referencia para calibración.


200
100



# VIII

# PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

## CAPÍTULO VIII

# PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

...

La preparación de muestra juega un papel muy importante en el proceso de medición analítica, ya que dependiendo los cuidados que se tengan durante su proceso, dependerán los resultados.

Las muestras son preparadas dependiendo si son sólidos o líquidos se utilizan diversos equipos. Por ejemplo, para la preparación de sólidos es necesario contar con áreas de secado y molinos. Las áreas de secado son ambientes ventilados y con luz difusa, con control de humedad y temperatura interior, tal como se muestra en la Figura 49.

Los molinos varían si se tratan de muestras de suelos, abonos, foliares, entre otros (Figura 50).



**Figura 48.** Área de secado de muestras.



**Figura 49.** Molino para suelos.

## 8.1. FACTORES QUE AFECTAN LA PREPARACIÓN DE UNA MUESTRA Y SUS CUIDADOS

Los factores que afectan la preparación de una muestra en forma global son los siguientes:

**A.** Medio ambiente, temperatura, presión, humedad relativa, espacio físico y servicios.
**B.** Calidad de reactivos químicos.
**C.** Calidad del agua utilizada.
**D.** Equipos utilizados durante la preparación como balanzas, molinos, medidores de pH, muflas y hornos.
**E.** Material utilizado en la preparación, clasificación y limpieza del material de vidrio.
**F.** Perfil del analista.
**G.** Selección adecuada de la técnica de preparación a emplear, según la muestra y el análisis requerido.

Dentro de las múltiples técnicas que existen de preparación de muestra, se describen las más importantes:

- Dilución de muestra, cuando la muestra se encuentra en estado líquido.
- Disolución, la cual puede ser con agua, algún tipo de solvente o cualquier sustancia líquida que permita disolver la muestra.
- Digestión ácida en plato caliente.
- Digestión alcalina en plato caliente.
- Digestión de la muestra por microondas.
- Extracciones con solventes.
- Fusión ácida o básica.
- Calcinación.

Los reactivos comúnmente utilizados en un proceso de preparación de muestra son: $HNO_3$, HCl, $H_2SO_4$, HF, $H_2O_2$ y $HClO_4$.

Algunos reactivos son empleados en la digestión de muestras de matriz compleja, esto permite elevar la capacidad oxidativa. Cabe señalar, que ambos reactivos generan mezclas complejas, muchos de ellos exotérmicos, por lo que se tendrá en cuenta en su uso así como del uso de los elementos de protección personal en la campa extractora.

Las mezclas pueden ser de:

- $HNO_3$ - $HClO_4$
- $HNO_3$ - H2$SO_4$ - $HClO_4$
- HF - $HClO_4$ $HNO_3$
- HCl $HNO_3$
- HF $HNO_3$
- $H_2O_2$

Estos reactivos deben ser seleccionados de acuerdo con su pureza, si se está trabajando en intervalos de determinaciones de porcentaje a miligramos por litro, siendo el grado reactivo el más recomendable, pero si se va a realizar una determinación a nivel trazas elementales, debe escogerse un reactivo alta pureza. Se sugiere revisar el contenido de impurezas que tiene el reactivo a emplear.

Se recomienda verificar las propiedades del analito a evaluar, como por ejemplo la volatilidad, antes de ser sometido al proceso de preparación de muestra para poder elegir el mejor método y evitar pérdidas por evaporación o volatilización.

A continuación, se presentan dos tablas, las cuales presentan qué elementos pueden ser perdidos durante el proceso de digestión y de fusión (Tabla 4 y 5).

**Tabla 4.** Elementos perdidos en digestiones ácidas.

| Elemento volátil | Bajo condiciones de oxidación | Como compuesto con los halógenos | | Bajo condiciones reductoras |
|---|---|---|---|---|
| Hg | Cr | As | Sn | Se |
| | Os | B | Te | Te |
| | Rh | Cr | Ti | |
| | Ru | Ge | Zn | |
| | | Pb | Zr | |
| | | Si | | |

**Tabla 5.** Elementos perdidos en la calcinación a 600 °C.

| | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Ag | As | Au | Be | Cd | Co | Cs |
| Cu | Fe | Ge | Hg | Ir | K | Li |
| Na | Ni | Pb | Pd | Pt | Rb | Rh |
| Sb | Se | Sn | Tl | | | |

Existen otras técnicas dentro de la preparación de muestras como la filtración, separación de fases, precipitación y evaporación.

A continuación, se explica el proceso de filtración y la separación de fases, ya que son los procesos más usados en la gran mayoría de los laboratorios de análisis químico.

## 8.2. FILTRACIÓN

Es la separación de un sólido como precipitado de una disolución madre con el objeto de obtenerlo libre de disolución.

A continuación, se proporcionan generalidades a ser consideradas en la filtración por gravedad o filtración al vacío.

### 8.2.1. Filtración por gravedad

Este tipo de filtraciones se llevan a cabo cuando se tienen precipitados de tamaño grande de 20-25 µm y medio de 8 µm.

- El tamaño del papel filtro depende de la cantidad de precipitado y no de la cantidad del líquido a ser filtrado.
- El papel se humedece con el solvente utilizado en la filtración y se vacía el solvente con el precipitado en un flujo continuo evitando derramar la disolución fuera del papel filtro o del embudo.
- Nunca llenar el embudo al borde ya que puede perderse precipitado.
- Se lava el precipitado con el solvente utilizado para eliminar cualquier impureza.
- Emplear filtros con vástago de 15 cm para promover la rápida filtración.

- Transferir el papel filtro a un crisol a peso constante y dejar secar el solvente.
- Evitar al máximo contaminar el papel filtro durante la manipulación.

### 8.2.2. Filtraciones al vacío

Este tipo de filtraciones es para precipitados finos de 3 µm y gelatinoso.

- Cuando se realizan filtraciones al vacío, es necesario utilizar una trampa para evitar que cualquier disolución sea succionada accidentalmente dentro de la línea de vacío y prevenir que el agua desde un aspirador se regrese dentro del matraz de filtración.
- Utilizar embudos Büchner o Gooch con papel filtro. No olvidar que la limpieza es un factor primordial, tal como se muestra en la Figura 50.





**Figura 50.** Filtración utilizando embudos Buchner para obtención de extracto saturado.

## 8.3. SEPARACIÓN DE FASES

Mezclado de fase. Para esta técnica se utilizan embudos de separación y siguiendo estas recomendaciones:

- Agitación circular es especialmente importante, si se trabaja con solventes que se volatilizan fácilmente produciendo vapores dentro del embudo.
- La agitación rotatoria liberará algo de los vapores formados y minimizará la presión ejercida durante el proceso de agitación.
- Inserte el tapón y sostenga el tapón con una mano, levante el embudo de separación e inviértalo.
- Inmediatamente abra la llave con la otra mano, para liberar los vapores que pudieron formarse.
- Agite nuevamente de forma circular el embudo de separación y libere los vapores de los solventes. Al agitar tome firme y totalmente la llave para prevenir que la presión dentro del matraz libere la llave.
- Después de liberar la presión, cierre la llave, agite o gire ligeramente la mezcla con el embudo invertido y posteriormente libere los vapores nuevamente.
- Si no se observa la presión excesiva generada, agite el embudo de separación subiendo y bajando vigorosamente su contenido en un movimiento circular, de tal manera que las fases se mezclen completamente.
- Libere la llave varias veces durante el período de agitación. Después complete la agitación, abra la llave una última vez.
- Con la llave cerrada, coloque el embudo de separación en un aro metálico y remueva el tapón.
- Si se está extrayendo una pequeña cantidad de material, lave el tapón dentro del embudo utilizando un gotero y adicionando unas gotas del mismo solvente que se está usando para la extracción.
- Es recomendable asegurarse del buen funcionamiento del material antes de utilizarlo para evitar, por ejemplo, que la llave del embudo de separación este rota y haya pérdidas por derrame.
- Permita que se mantenga fijo el embudo de separación hasta que las fases se hayan separado.

## 8.4. ESTUFA Y MUFLA

La aplicación de los métodos gravimétricos es de suma importancia en el empleo de instrumentos que permitan secar o calcinar la muestra previa a su análisis o en la etapa última de su proceso de medición, para esto se emplean la estufa y la mufla (Figura 52 y 53).

A continuación, se detallan una serie de sugerencias para el empleo de las estufas y muflas:

- Mantener limpios los hornos para evitar contaminación cruzada en las muestras.
- Los termómetros usados en la estufa deben estar calibrados.
- Verificar la temperatura de la estufa diariamente.
- Para la calibración de las muflas utilizar pirómetros ópticos o sondas de alta temperatura.
- Se pueden usar sales inorgánicas de alto punto de fusión seleccionando dos puntos de referencia.
- Se debe realizar calibraciones internas periódicas.
- Se recomienda la calibración externa una vez al año.



**Figura 51.** Estufa.

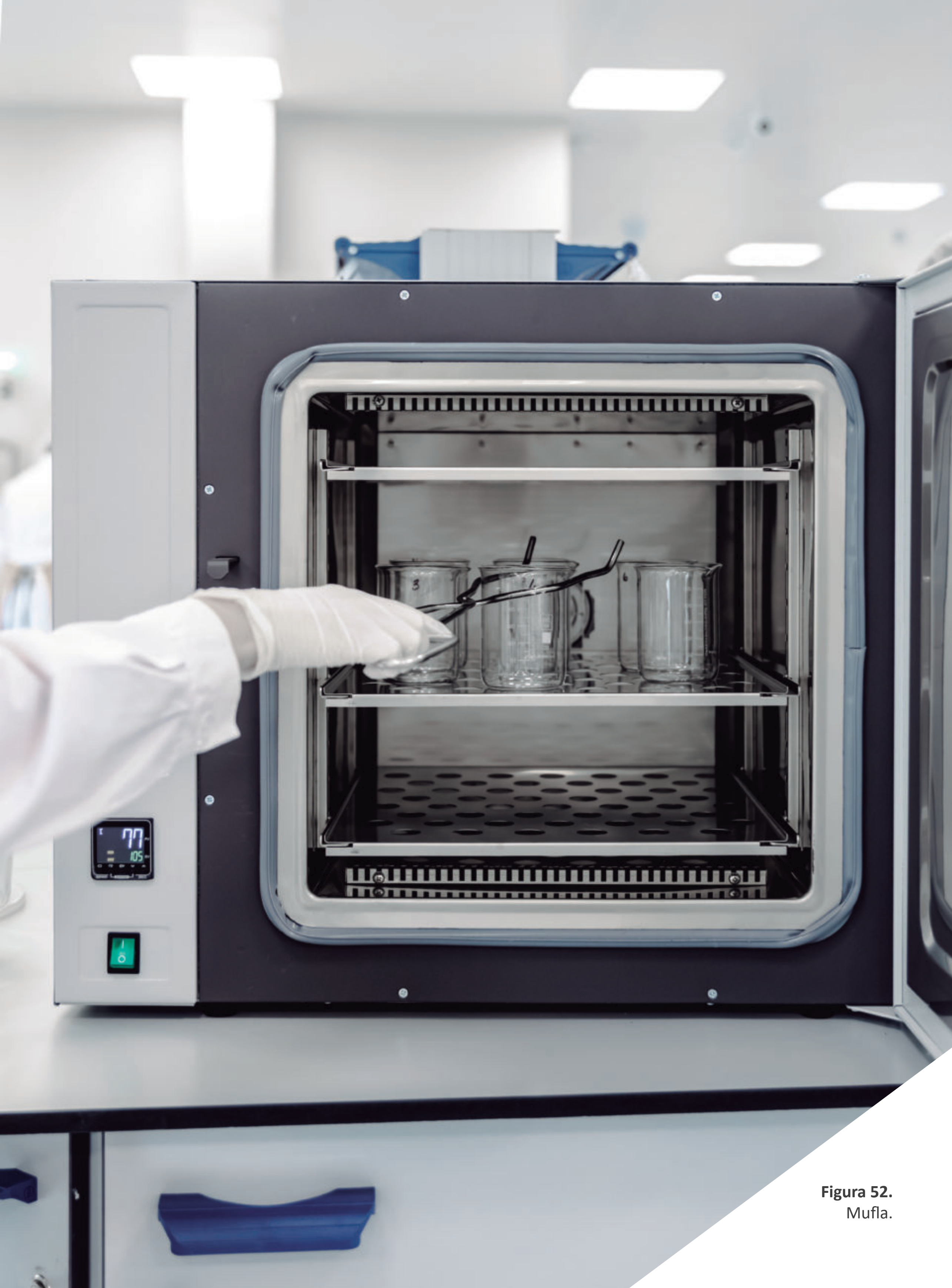



**Figura 52.**
Mufla.





# IX

# MÉTODOS CLÁSICOS DE ANÁLISIS

CAPÍTULO IX

# MÉTODOS CLÁSICOS DE ANÁLISIS

...

Los métodos clásicos de análisis son los métodos tradicionales en química analítica y son todos aquellos métodos de análisis químicos que fueron desarrollados por primera vez en el mundo.
Se clasifican en dos grupos: métodos gravimétricos y volumétricos.

En la actualidad estos métodos de análisis son considerados como métodos potencialmente a ser primarios dentro de la jerarquía de las mediciones analíticas, de esto radica su importancia en la química analítica; sin embargo, la desventaja que presentan son los tiempos largos que se necesita para el proceso de medición y en algunos casos los costos altos de reactivos y equipos instrumentales.

La definición que establece el vocabulario internacional de metrología de lo que es un método primario es la siguiente:

"Un método primario es un método de referencia que está diseñado o es ampliamente conocido para tener la más alta calidad metrológica y cuyo valor es aceptado sin referencia a un patrón de la misma cantidad".

ISO/REMCO N262[10], clasifica los métodos clásicos de análisis de acuerdo con su manera de ser calibrado dentro de la categoría de los métodos calculables, estos métodos son: "Todos aquellos que generan el resultado de la calibración por anticipado a través de un cálculo definido, en base a leyes que gobiernan los parámetros físicos y químicos involucrados, usando valores obtenidos durante el análisis".

## 9.1. GRAVIMETRÍA

Los métodos gravimétricos son los métodos más exactos que hay. Por esta razón, son considerados como métodos definitivos o primarios en el sistema jerárquico de las mediciones analíticas.

Uno de los aspectos más importantes en un análisis gravimétrico es la utilización de una balanza de precisión, que esté calibrada. Por otro lado, cada proceso gravimétrico tiene sus propios problemas técnicos que se relacionan a las transformaciones químicas usadas.

[10]. Norma ISO/REMCO N262 E/F, emitida en noviembre de 1994

## Generalidades más resaltantes son:

- Conservar una higiene personal adecuada. Se recomienda mantener: manos limpias, uñas cortas, mantener el pelo recogido y la ausencia de maquillaje.
- No usar prendedores, pulseras, aretes, ni anillos durante las manipulaciones de muestras y reactivos.
- Situar lo más cerca posible los desecadores (Figura 54) de las balanzas para evitar pérdidas de los productos de la calcinación.
- Se recomienda utilizar algún tipo adecuado de desencante en la balanza en el momento de pesar las muestras.
- Los desecadores deben ser de tamaño suficiente para que ninguna muestra quede fuera. Es importante evitar que las muestras se humedezcan y el peso medido se altere.
- Escoger el desencante adecuado para el desecador, partiendo del concepto que no contamine la muestra contenida en el desecador y que permanezca libre de humedad por un período de tiempo mayor que el que la muestra permanezca dentro del desecador para que cumpla su función.



**Figura 53.** Desecador.

- Mantener los desecadores cerrados y sellados mientras las muestras se encuentren contenidas en él. Para esto, es recomendable escoger el desecador más adecuado, los que se sellan con grasa o aquellos que sellan utilizando vacío.
- Utilizar crisoles que no sufran descomposición química con las muestras utilizadas y debido a su tratamiento de análisis.
- Seleccionar el tipo de filtro necesario dependiendo del precipitado obtenido.
- Manipular cuidadosamente la balanza para evitar que se descalibre.

### 9.1.1. Tipo de crisoles

Existen varios tipos de crisoles, entre los más resaltantes se encuentran los: crisoles de barro, de hierro, de níquel, de porcelana, de platino y de cuarzo. Su uso depende de la determinación analítica a realizar.

A continuación, se realiza una descripción de cada uno de los crisoles:

- Conservar una higiene personal adecuada. Se recomienda mantener: manos limpias, uñas cortas, mantener el pelo recogido y la ausencia de maquillaje.

#### Crisol de barro

Su principal uso es en la determinación de oro, por el método de copelación, la temperatura máxima de uso es de 800 a 900 °C. Su limpieza se realiza con aire a presión. Este tipo de crisoles solo se utiliza una vez por cada determinación.

#### Crisol de hierro

Principalmente se usa en fusiones con peróxido de sodio. Por ejemplo, para fundir minerales de cromo. Este tipo de crisoles solo se utiliza una vez por cada determinación.

#### Crisol de porcelana

Se utiliza para realizar calcinaciones a temperaturas entre los 550 a 600 °C, en donde el carbón del papel filtro utilizado se destruye y libera las especies contenidas en él. Se debe controlar la temperatura para evitar que se volatilicen los compuestos de interés. La limpieza de los crisoles se hace utilizando agua únicamente (Figura 55).

#### Crisol de níquel

Se utilizan para determinaciones de materia volátil en coque de carbón mineral, son más económicos que los crisoles de platino. Son resistentes a la oxidación, pero no se recomienda su uso a temperaturas mayores a 900 °C. Estos crisoles se pueden limpiar con mezcla sulfonítrica o con una mezcla de ácido clorhídrico/ácido nítrico.



**Figura 54.** Crisol de porcelana.

### Crisol de platino

Se utiliza cuando se desea tener la mínima interferencia o contaminación química, es decir, trabajos de alta pureza, así como también al llevar ataques químicos con ácido fluorhídrico a altas temperaturas de 1200 °C aproximadamente con mezclas de carbonato de sodio y potasio o con hidróxido de sodio fundido. Estos crisoles se pueden limpiar con mezcla sulfonítrica o con una mezcla de ácido clorhídrico y ácido nítrico.

### Crisol de cuarzo

Se utilizan en determinaciones de alúmina, son extremadamente inertes, tienen un bajo coeficiente de expansión lineal y su material de construcción no es volátil a todas las temperaturas de uso, incluso hasta temperaturas de 1000 °C, sobre esta temperatura ya no se recomienda su uso. La limpieza de estos crisoles debe realizarse usando el mismo fundente utilizado en análisis y llevando a la temperatura de calcinación, y posteriormente dar limpieza con una disolución ácida.

## 9.1.2. Papel filtro

El papel filtro se clasifica según la Tabla 6, según su porosidad y al tamaño de las partículas retenidas.



**Figura 55.** Uso de papel filtro para medición de conductividad eléctrica en suelo.

A continuación, se da una clasificación general que puede ser utilizada para la elección adecuada del papel filtro.

**Tabla 6.** Clasificación del papel filtro por su porosidad y el tamaño de partícula retenida.

| Porosidad | Grande | Mediana | Cristales | Cristales finos |
|---|---|---|---|---|
| Velocidad de flujo | Rápida 12 s | Media 75 s | Lenta 175 s | Lenta 420 s |
| Superficie | lisa, textura abierta | Lisa | Lisa, textura densa | Lisa, textura densa |
| Retención de partícula | 20-25 µm | 8 µm | 3 µm | 2,5 µm |
| Aplicación | • Precipitados gelatinosos y partículas grandes.<br>• Metalurgia: hidróxidos de hierro y aluminio.<br>• Monitoreo de contaminación del aire. | • Propósitos generales de gravimetría.<br>• Precipitados de medio cristalino: oxalato de calcio. | • Retiene partículas finas:<br>• Sulfato de Bario.<br>• Cloruro de plata. | • Poder de retención alto, para precipitados muy finos.<br>• Copolímeros: Estireno-Metacrilato. |

## 9.2. VOLUMETRÍA

Es otra técnica considerada como método definitivo, en esto radica su importancia, aunque su desventaja es que consume tiempos largos de análisis. La titulación es una de las técnicas más utilizadas en determinaciones cuantitativas.



**Figura 56.** Titulación de muestras.

Se recomienda tener los siguientes cuidados durante el proceso de medición para asegurar resultados confiables:

- Seleccionar los reactivos adecuados, considerando la pureza, fecha de caducidad y manejo de los reactivos de acuerdo con sus propiedades.
- Seleccionar los indicadores adecuados basándose en el punto de vire de la reacción, recomendada por el método, para esto consultar el intervalo de pH correspondiente a cada indicador.
- Los cuidados más importantes en el manejo de los reactivos indicadores son: verificar su fecha de caducidad, sus propiedades higroscópicas, su manera de prepararlo, vida útil de la disolución preparada y cantidad exacta a utilizar para que el reactivo indicador cumpla con su función y no altere el punto de vire en la reacción, evitando de esta manera la obtención de resultados no confiables.
- Hay que asegurar que el material utilizado esté limpio y que la bureta esté calibrada.
- Asegurarse que la llave de la bureta no presente fugas. Es recomendable el uso de llaves de teflón. Algo muy importante a considerar es no cambiar nunca la llave de la bureta, ya que esta ha sido calibrada con su propia llave.
- Se debe enjuagar la bureta antes de utilizarla con la disolución que va a contener.
- Evitar burbujas de aire antes de ajustar el nivel del menisco.
- La disolución de la bureta se adiciona por goteo y no con flujo continuo. El matraz receptor se agita constantemente. Es preferible utilizar un agitador magnético.
- Hacer la lectura del menisco correctamente.





# X

# TÉCNICAS ANALÍTICAS INSTRUMENTALES

CAPÍTULO X

# TÉCNICAS ANALÍTICAS INSTRUMENTALES

...

El producto primario de cualquier laboratorio relacionado con mediciones químicas son los resultados analíticos reportados para una muestra. Las buenas prácticas de laboratorio incluyen todas las actividades asociadas para asegurar que las mediciones físicas y químicas se realicen adecuadamente, se interpreten correctamente y se reporten con los estimados adecuados de error e intervalos de confianza.

Los métodos instrumentales son métodos analíticos que se basan en la medida de las propiedades físicas de los analitos, tales como conductividad, potencial de electrodo, absorción o emisión de luz, relación carga/masa, entre otros para la determinación cuantitativa o cualitativa de los analitos usando métodos no separativos.

Los sistemas instrumentales aplicados al análisis y control químico son ampliamente aceptados como métodos que ahorran tiempo, requieren menos separaciones químicas y son seguros y sensibles. La ventaja que tienen sobre los métodos de análisis "por vía húmeda" deriva directamente del hecho de que determinan la composición química por medio de la medición de las propiedades físicas. Como resultado, los aparatos y los procedimientos de interés son comunes tanto a lo que tradicionalmente se denomina análisis como a las investigaciones químicas.

Una buena práctica de laboratorio consiste en asegurar el buen funcionamiento de los equipos del laboratorio para garantizar de esta manera, que las mediciones analíticas que se realizan sean confiables. A continuación, se dan algunos lineamientos generales.

## 10.1. CLASIFICACIÓN DEL EQUIPO

Todos los equipos utilizados en el laboratorio deben tener una especificación adecuada para el propósito previsto y conservarse bajo mantenimiento y calibración, que esté de acuerdo con su uso.

Los equipos que normalmente se encuentran en un laboratorio pueden clasificarse como:

### 10.1.1. Equipo de servicio general

Este equipo no se utiliza para realizar mediciones o tienen influencia mínima en las mediciones como, por ejemplo, platos calientes, agitadores, material de vidrio no volumétrico, entre otros y los sistemas de calentamiento o ventilación en el laboratorio.

El equipo de servicio general, típicamente se deberá conservar a través de revisiones de limpieza y seguridad como sea necesario. Las calibraciones o revisiones de funcionamiento serán necesarias, cuando los ajustes afecten significativamente a la medición o al resultado analítico, como por ejemplo, la temperatura del horno de la mufla o del baño de temperatura constante. Todas las revisiones que se realicen deben documentarse.

### 10.1.2. Equipo volumétrico e instrumentos de medición

El sector científico incluye aparatos de análisis de alta calidad, equipos de investigación o dispositivos de laboratorio han sido desarrollados para el uso profesional y especialmente para la tecnología de laboratorio.

- Equipo volumétrico como matraces, pipetas, picnómetros, buretas y los instrumentos de medición como, por ejemplo, termómetros, espectrofotómetros, cromatógrafos, balanzas, termómetros, entre otros. El uso correcto de estos equipos es necesario para las mediciones analíticas y por lo tanto debe utilizarse, conservarse y calibrarse correctamente de acuerdo con las consideraciones ambientales.

- El funcionamiento de ciertos materiales volumétricos de vidrio es dependiente de factores particulares, los cuales pueden afectarse por lo métodos de limpieza, manipulación y uso.

- Deberá ponerse atención a la posibilidad de contaminación surgida en la fabricación del equipo mismo, la cual puede ser inerte, o por contaminación cruzada debido a un uso previo. En el caso del material volumétrico de vidrio, los procedimientos de limpieza, el almacenamiento y la segregación del equipo volumétrico pueden ser críticos, particularmente para el análisis de trazas en donde puede ser significativa la permeación y la absorción.

- El uso correcto combinado con el servicio periódico, la limpieza y la calibración no necesariamente asegurará que un instrumento esté funcionando adecuadamente. Deberán realizarse revisiones periódicas de funcionamiento cuando sea necesario revisar la respuesta, la estabilidad y linealidad de las fuentes, sensores y detectores, la eficiencia de separación de los sistemas cromatográficos, la resolución, la alineación y la exactitud de la longitud de onda de los espectrómetros.

- La frecuencia de tales revisiones de funcionamiento puede especificarse en manuales o procedimientos de operación. De no ser así, esto será determinado por la experiencia y con base en la necesidad, el tipo y el funcionamiento previo del equipo. Los intervalos entre las revisiones deberán ser más cortas que el tiempo en el que el equipo se ha encontrado, en la práctica, estar con una deriva fuera de los límites aceptables.

- Es posible construir con frecuencia revisiones de funcionamiento, del ajuste del sistema dentro de los métodos de prueba, por ejemplo, con base a los niveles de la respuesta esperada del detector o el sensor a los materiales de referencia, la resolución a los componentes de la mezcla por los sistemas de separación y las características espectrales de los patrones de medición. Estas revisiones deben completarse satisfactoriamente antes que se use el equipo.

### 10.1.3. Patrones de medición física

Los parámetros físicos de medición como masas y termómetros de referencia son críticos para el correcto funcionamiento de una prueba en particular, el laboratorio deberá tener acceso al patrón de medición principal, como un medio de calibración.

- En algunos casos, una prueba y su funcionamiento se definen realmente en términos de una pieza en particular del equipo y las revisiones serán necesarias para confirmar que el equipo se ajusta a la especificación relevante. Por ejemplo, los valores del punto de inflamación para una muestra inflamable en particular son dependientes de las dimensiones y la geometría del aparato utilizado en la prueba.

- Los materiales patrones de medición y cualquier certificado adjunto deberán almacenarse y utilizarse en una forma acorde con la conservación del estado de calibración.

- Se deberá tener una consideración particular, a cualquier recomendación dada sobre el almacenamiento, en la documentación suministrada con el patrón de medición.

### 10.1.4. Computadoras y procesadores de datos.

En los laboratorios de mediciones químicas, las computadoras tienen una amplia variedad de usos incluyendo:

- Control de las condiciones críticas ambientales.
- Monitoreo y control de inventarios.
- Programas de calibración y mantenimiento.
- Control de la existencia de reactivos y patrones de medición.
- Diseño y realización de experimentos estadísticos.
- Programación de muestras y monitoreo del rendimiento del trabajo.
- Generación de cartas de control.
- Monitoreo de procedimientos de prueba.
- Control de la instrumentación automatizada.
- Captura, almacenamiento, recuperación, procesamiento de datos, manual o automáticamente.

- Generación de reportes de prueba.
- Procesamiento de palabras.
- Comunicación.

Por lo que es necesario tomar en cuenta las siguientes consideraciones:

- Los cables y las interfases proporcionan las conexiones físicas entre las diferentes partes de la computadora o entre diferentes computadoras. Es importante que las interfases y los cables sean elegidos de acuerdo con una aplicación en particular, ya que ellos pueden afectar seriamente la velocidad y la calidad de la transferencia de datos.

- Las mediciones químicas crean un ambiente de riesgo en particular para la operación de las computadoras y el almacenamiento del medio de la computadora. El asesoramiento puede encontrarse normalmente en los manuales de operación; sin embargo, deberá tenerse cuidado para evitar daños debido a la contaminación química, microbiológica, o por el polvo, el calor, la humedad y los campos magnéticos.

- La validación inicial debe verificar tantos aspectos de la operación de una computadora como sea posible. Revisiones similares deben realizarse si cambia el uso de la computadora, después del mantenimiento o de la revisión del software. Cuando se utiliza una computadora para reunir y procesar datos asociados con mediciones químicas, la validación para esta función es normalmente suficiente asumir la operación correcta si la computadora produce las respuestas esperadas cuando se introducen parámetros conocidos. Los programas de computadora que realizan cálculos pueden validarse por comparación con resultados generados manualmente.

- Es importante hacer notar que pueden ocurrir errores solo cuando se introduce un grupo particular de parámetros. La revisión adecuada de las funciones en la reunión y manejo de datos en mediciones químicas debe hacerse utilizando un material de referencia certificado para la validación inicial y para revisiones en forma regular se puede utilizar un material de control de calidad. Cualquier recomendación que proporcione el fabricante debe tomarse en consideración.

- El procedimiento de validación utilizado para un sistema en particular y cualquier dato registrado durante la validación deberán documentarse. Puede resultar difícil validar estos sistemas en forma aislada de los instrumentos analíticos produciendo la señal original. Normalmente se valida todo el sistema a la vez utilizando patrones para mediciones químicas o materiales de referencia. Tal validación normalmente es aceptable.

## 10.2. VERIFICACIÓN Y MANTENIMIENTO PREVENTIVO

El uso correcto de los instrumentos de medición combinado con las verificaciones periódicas de desempeño del sistema instrumental y con la periodicidad de su servicio como mantenimiento preventivo, limpieza, calibración asegurará un desempeño adecuado del instrumento.

### 10.2.1. Verificación del desempeño de un instrumento de medición

Los procedimientos de verificación del desempeño del instrumento analítico deben ser descritos en los manuales del instrumento, así como la frecuencia con la cual deben realizarse; si esto no se encuentra descrito en el manual, puede determinarse por la experiencia del operador basándose en las necesidades, tipo y previo desempeño del instrumento de medición. Los intervalos de verificación deben ser más cortos que el tiempo en que el equipo presente deriva y que por lo tanto se encuentre fuera de los límites de especificación aceptables. Esta deriva se determina por la práctica.

Es posible establecer una verificación de desempeño en los métodos de prueba como un “Sistema de verificación confiable”; el sistema puede basarse en:

- Los niveles esperados de respuesta del detector a los patrones de referencia de calibración.
- La resolución de patrones de referencia de calibración en sistemas separados.
- Las características espectrales de los patrones de referencia de calibración, etc.

Estas verificaciones deben ser completamente satisfactorias antes de que el instrumento analítico sea utilizado. A continuación, se dan algunos lineamientos acerca de las buenas prácticas de laboratorio y de medición que se recomiendan para asegurar resultados confiables de análisis.

Establecer un programa de mantenimiento preventivo y correctivo para cada uno de los equipos empleados en el laboratorio.

Para poder establecer de manera adecuada los puntos que cubre el mantenimiento preventivo se sugiere considerar:

#### A. Bitácora del equipo

Se considera un cuaderno o publicación que permite llevar un registro escrito de diversas acciones (Figura 58). En casos más exactos estos registros concentran procesos de revisión periódica.

Su organización es cronológica, por lo que facilita la revisión de los contenidos anotados.

| HD-EQ-2020-001 | DATOS DEL EQUIPO, BITACORA Y PLAN DE MANTENIMIENTO PREVENTIVO | Versión 01 | inia Instituto Nacional de Innovación Agraria |
|---|---|---|---|
| Vigente desde: 02/03/2020 | | Página 1 de 1 | |

| HOJA DE DATOS DEL EQUIPO | | | COD. PAT : |
|---|---|---|---|
| IMAGEN | NOMBRE : BALANZA ANALITICA DIGITAL | | MARCA : PRECISA |
| | MODELO : LS 220A SCS | CANTIDAD : 1 | SERIE N° : 0503008 |
| | PROVEEDOR : MADPA REPRESENTACIONES S.R.L | | O/C N° : 572 |
| | DATOS DE PLACA | | |
| | V : 220 / A : 12 | kW : 0.006 | Hz : 0 |
| | CARACTERISTICAS | | |
| | Capacidad máxima 200g; voltaje 220 voltios; garantía 12 meses por fallas de fábrica | | |

BITACORA FORMATO

| UBICACIÓN : SALA DE PESADO | FUNCIÓN : PESADO DE MUESTRAS |
|---|---|
| EQUIPO : BALANZA ANALITICA DIGITAL | |
| PROVEEDOR : MADPA REPRESENTACIONES S.R.L | |

| FECHA | HORA DE ENCENDIDO | HORA DE APAGADO | DESCRIPCIÓN | CORRECTIVO / RESPONSABLE | | | TIEMPO DE OPERACIÓN (min) |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | SI | NO | | |
| | | | | SI | NO | | |
| | | | | SI | NO | | |
| | | | | SI | NO | | |
| | | | | SI | NO | | |
| | | | | SI | NO | | |

PLAN DE MANTENIMIENTO PREVENTIVO

| N° | ACTIVIDADES | MAY | | | | JUN | | | | JUL | | | | AGO | | | | SET | | | | OCT | | | | NOV | | | | DIC | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | semana | | | | semana | | | | semana | | | | semana | | | | semana | | | | semana | | | | semana | | | | semana | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 2 | 3 | 4 |
| 1 | Revisión/verificación | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 2 | Verificación de conectores | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 3 | Revisión de accionamiento ON/OFF | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 4 | Verificación de calibración/exactitud | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| 5 | Orden y limpieza | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |

X PROGRAMADO    B BUEN ESTADO    M MAL ESTADO

REALIZADO POR :

Responsable del mantenimiento

REVISADO POR :

Ing. Jesús Munarriz Aedo

Responsable de labotarorio

FECHA : Día / Mes / Año

**Figura 57.** Hoja de datos del equipo, bitácora y plan de mantenimiento preventivo.

### B. Intervalos de verificación del instrumento

Al verificar los parámetros más críticos de un instrumento y registrar los resultados en cartas de control estadístico, se debe determinar la frecuencia de uso. Conocer la antigüedad del equipo es necesario para determinar la estabilidad y la frecuencia con la que se debe realizar el mantenimiento preventivo del equipo. Es importante que se cuente con un programa en la que se indiquen las fechas en que debe realizarse el mantenimiento.

### C. Responsable del equipo

A cada uno de los equipos adquiridos en el laboratorio, se le asigna un responsable, quien debe conocer a profundidad el manejo del equipo y responsabilizarse de que el funcionamiento se encuentre en óptimas condiciones, así como de encargarse de programar la frecuencia con que se deben de realizar las verificaciones y/o calibraciones y mantenimiento.

## 10.3. CALIBRACIÓN

La calibración de un instrumento de medición, de acuerdo con el vocabulario de metrología, se define como:

*"Conjunto de operaciones que establecen en condiciones especificadas, la relación entre los valores de las magnitudes indicadas por un instrumento de medición o un sistema de medición o los valores representados por una medida materializada o material de referencia, y los valores correspondientes de la magnitud realizada por los patrones".*

La calibración de ciertos equipos puede realizarse por el personal de laboratorio que sea debidamente capacitado en el tema o en su defecto contar con un documento en el que se describa, de manera detallada, el procedimiento de cómo realizar una calibración. En algunos equipos, la calibración se realiza por un organismo calificado para ofrecer este servicio, tal como un laboratorio primario o secundario.

Para asegurar la calidad de las mediciones realizadas, es necesario que el laboratorio determine para cada uno de los equipos un programa de calibración. La frecuencia de la calibración de los equipos dependerá de:

**A.** Especificaciones del fabricante
**B.** Frecuencia de uso
**C.** Tipo de mediciones realizadas
**D.** Evaluación de las cartas de control de tiempo

- Un equipo utilizado frecuentemente, requerirá de periodos menores entre cada calibración.
- Las cartas de control estadístico de un instrumento de medición sirven para conocer su comportamiento de medición, para establecer los períodos en los cuales se debe realizar un ajuste, una verificación y/o calibración.

Los instrumentos analíticos requieren de un control para asegurar que las mediciones a realizar tengan la exactitud y precisión requeridas.

Los Principales tipos de instrumentación analítica son:

## Técnicas espectroscópicas:

- Espectrofotometría de visible y ultravioleta
- Espectrofotometría de fluorescencia y fosforescencia
- Espectrometría atómica (emisión y absorción)
- Espectrofotometría de infrarrojo
- Espectroscopía raman
- Espectroscopía de rayos X

## Técnicas radioquímicas, incluyendo el análisis por activación:

- Espectroscopía de resonancia magnética nuclear
- Espectroscopía de resonancia de espín electrónico o de resonancia paramagnética electrónica.

## Técnicas electroquímicas

- Potenciometría (electrodos de pH y selectivos de iones)
- Voltamperometría
- Técnicas voltamperometrías
- Técnicas de redisolución
- Técnicas amperométricas
- Coulombimetría
- Electro gravimetría
- Técnicas de conductancia

## Técnicas cromatográficas

- Cromatografía de gases
- Técnicas de cromatografía líquida de alta resolución
- Espectrometría de masas
- Técnicas cinéticas
- Técnicas conjuntadas o acopladas

- GC-MS (cromatografía de gases-espectrometría de masas)
- ICP-NIS (plasma con acoplamiento inductivo-espectrometría de masas)
- GC-IR (cromatografía de gases-espectrometría de infrarrojo)
- MS-MS (espectrometría de masas-espectrometría de masas)

## 10.4. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA Y CALIFICACIÓN DE EQUIPOS

La confirmación metrológica y la calificación de equipos forman parte del aseguramiento de calidad y es conveniente evaluar parte o completamente su influencia en la medición, tanto en los equipos empleados por los laboratorios de calibración como en los equipos empleados por los laboratorios de prueba.

### 10.4.1. Confirmación metrológica

La confirmación metrológica es un conjunto de operaciones requeridas para asegurar que el equipo de medición concuerda con los requisitos correspondientes a su uso previsto.

Algunos aspectos de la confirmación metrológica son:

**A.** La confirmación metrológica generalmente incluye la calibración y verificación, cualquier ajuste o reparación necesario y la subsiguiente recalibración, la comparación con los requisitos metrológicos para el uso previsto del equipo, así como cualquier sellado y etiquetado requerido.
**B.** La confirmación metrológica se obtiene cuando se ha demostrado y documentado la adecuación del equipo de medición para el uso previsto.
**C.** Los requisitos para el uso previsto del equipo de medición incluyen consideraciones tales como alcance, resolución y error máximo permitido.

En la práctica, la selección de un instrumento de medición se inicia delimitando el uso previsto y definiendo las características metrológicas requeridas para obtener mediciones confiables. Un instrumento de medición se selecciona mediante la comparación de estas características metrológicas y las declaraciones del fabricante, las cuales finalmente se demuestran mediante los resultados de la calibración del propio instrumento.

La confirmación metrológica es útil en ausencia de la disponibilidad de las características de los equipos o instrumentos de medición, que están establecidas en las normas de referencia. Su propósito es asegurar que el equipo de medición tenga las características adecuadas para el uso previsto. De ninguna manera debe

interpretarse como sustituto de una calibración, más bien la incluye, considerando que la calibración no es suficiente para asegurar que el equipo sea apropiado para un uso dado, pues también debe asegurarse que otras características del equipo, como su alcance de medición, sean apropiadas.

La información al proceso de confirmación metrológica incluye:

**A.** Los requisitos metrológicos como alcance de medición y máximo error permitido.
**B.** Los resultados de la calibración del equipo.

El resultado del proceso es la seguridad de que el equipo es apropiado para el uso previsto.

### 10.4.2. Calificación de equipos

La Calificación de Equipos e Instrumentos de Medición Analítica (CEIMA) es un proceso que asegura que un instrumento es adecuado para el uso propuesto y que su funcionamiento está de acuerdo con las especificaciones establecidas por el usuario y el proveedor.

La CEIMA se compone de las siguientes etapas: la calificación de diseño del equipo e instrumentos de medición, de instalación, de operación y funcionamiento; así como su recalificación periódica.

Es importante que los instrumentos de medición se mantengan bajo control, con la finalidad de evaluar su desempeño y cumplir con los requisitos de la NTP ISO/IEC 17025: 2017, que requieren a los laboratorios de ensayo la evidencia de que los instrumentos cumplen con el propósito de uso establecido, con un estado de mantenimiento adecuado y calibrados a patrones nacionales o internacionales, esto con la finalidad de demostrar la validez de sus resultados de medición.

## 10.5. ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ULTRAVIOLETA /VISIBLE

Recomendaciones para el uso del espectrofotómetro Ultravioleta/visible (UV-Vis):

- Verificar el espectrómetro una vez a la semana (Figura 59), utilizando los materiales de referencia certificados de óxido de holmio para verificar la escala de longitud de onda y filtros de vidrio o disoluciones de $K_2Cr_2O_7$ para la escala de absorbancia. En caso de alguna desviación de los parámetros revisados con estos materiales de referencia, solicitar el servicio del proveedor para su revisión.
- Se recomienda llevar cartas de control de los parámetros revisados en el punto anterior.

- Cuando se analicen sustancias volátiles utilizar las celdas con tapa.
- Secar las celdas con papel especial para evitar rayar las celdas y evitar dejar residuos de papel en las mismas. Se recomienda lavar las celdas al menos una vez al mes con disoluciones de $H_2SO_4$, en el siguiente de concentraciones; 24, 12, 6 N y enjuagar con abundante agua Tipo 1 (Tabla 7).

**Tabla 7.** Estándares de calidad para el agua purificada en función del uso.

| Parámetro | Tipo I | Tipo II | Tipo III | Tipo IV |
|---|---|---|---|---|
| Conductividad eléctrica máx. a 25°C (µS/cm) | 0,056 | 1,0 | 4,0 | 5,0 |
| Resistividad eléctrica mín. a 25°C (MΩ-cm) | 18,2 | 1,0 | 0,25 | 0,2 |
| pH a 25°C | - | - | - | 5,0- 8,0 |
| TOC máx. (µg/L) | 10 | 50 | 200 | Sin límite |
| Sodio máx. (µg/L) | 1 | 5 | 10 | 50 |
| Sílice máx. (µg/L) | 3 | 3 | 500 | Sin límite |
| Cloro máx. (µg/L) | 1 | 5 | 10 | 50 |

*Fuente: norma ASTM 1193:2001 Especificaciones estándar para el Agua de calidad de reactivo.*

- Tomar las celdas siempre de la parte esmerilada para evitar dejar manchas de grasa de las manos por donde atraviesa la luz.
- Mantener las celdas limpias, después de usarlas se deben limpiar con metanol y dejarlas secar en campana de flujo laminar.
- Procurar colocar las celdas siempre hacia el mismo lado. Generalmente traen unas letras en la parte superior, estas pueden tomarse como referencia para mantener siempre la misma posición.




**Figura 58.** Espectrofotómetro UV/VIS.

## 10.6. ESPECTROSCOPÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Antes de iniciar asegúrese de todos los cuidados de limpieza con el material de vidrio volumétrico a utilizar en la técnica de absorción atómica (Figura 60).

Si se analizan elementos a nivel trazas se recomienda utilizar material de polietileno de baja densidad o de preferencia teflón; este material requiere de una limpieza extrema, a continuación, se sugiere lo siguiente para evitar contaminación de las muestras por el contenedor de la muestra, cuyo material es de polietileno de baja densidad y teflón:

- Con $HNO_3$ al 20% y $H_2SO_4$ a 70 °C por 12 h en una campana de extracción.
- Enjuague con agua destilada desionizada.
- Dejar escurrir en charolas de polipropileno con papel secante.
- Secar en una campana de flujo laminar por 10 h.
- El agua de enjuague se deposita en botellas identificadas con el ácido o mezclas de ácidos que contiene al porcentaje correspondiente. No tirar directamente en las tarjas, enviarlo a tratamiento de residuos.

A continuación, se detallan las recomendaciones del manejo del instrumento:

- Antes de comenzar a trabajar es recomendable optimizar el instrumento con una disolución de Cu de 4 mg/L en una matriz de agua. Siguiendo las instrucciones del manual del instrumento.
- Una vez optimizado el instrumento, verificar la optimización con una disolución espectrométricas del elemento que se desee analizar a la concentración que recomiende la tabla de condiciones normalizadas del manual del instrumento.
- Realizar la curva de calibración, verificando el intervalo lineal al menos con 3 disoluciones de referencia y además hacer el blanco, el cual cuenta con todos los reactivos menos con la muestra.
- Cuando prepare las disoluciones de referencia, realice el pipeteo del material de referencia utilizando un vaso limpio, enjuagando la pipeta con la disolución de referencia, pipetear la disolución y transferir al matraz, la disolución restante no debe regresarse al frasco del material de referencia, pues se contamina.
- Utilizar disolución de referencia de control al principio y durante la determinación analítica con la finalidad de verificar al principio la calibración del instrumento y durante la determinación analítica para evaluar cualquier tendencia del método.
- Utilizar la técnica de adición de estándar para compensar fuentes de error por interferencias de matriz, químicas o espectrales sobre todo cuando se realicen determinaciones a nivel trazas elementales.
- Tomar al menos duplicados de cada una de las muestras a analizar de manera consecutiva para tomar en cuenta las variaciones del instrumento.
- Las muestras para analizarse se recomiendan que sean transferidas inmediatamente a botellas de polietileno de baja densidad para evitar contaminación con el vidrio u otros materiales.
- Se recomienda no introducir al instrumento muestras que contengan precipitados, ya que estos ensucian el sistema de nebulización y produce variaciones en los resultados.
- No se recomienda utilizar muestras con matriz de HCl, cuando esto es inevitable revisar bien el método a utilizarse antes de realizar la determinación, se recomienda más el uso de ácido nítrico.
- Esta regla también es importante durante la determinación de los elementos por absorción atómica de horno de grafito.

Se detallan las recomendaciones para la operación del equipo de la absorción atómica de flama:

- Realizar inicialmente una tabla (cheklist) con los siguientes datos:
  - Concentración del analito.
  - Absorbancia obtenida.
  - Flujo de gas y tipo.
- Usar disoluciones espectrométricas de referencia certificadas en disolución acuosa de los elementos que analiza más comúnmente. Preparar las disoluciones a la concentración de la tabla que proporciona el proveedor y leer para cada elemento lo siguiente y anotarlo en la tabla.
- Energía obtenida de la lámpara utilizada.
- Llevarlo a cabo para cada elemento y monitorear cada 4 o 6 meses dependiendo del uso del instrumento.
- Determinar el límite de detección para cada elemento en disolución acuosa.
- Mantener un programa de mantenimiento preventivo del equipo con el proveedor en general se realiza una vez al año.
- Utilizar material de polipropileno para almacenar muestras y materiales de referencia acuosos para evitar el uso de material de vidrio.
- Preparar disoluciones de materiales de referencia acuosas de 20 mg/L provenientes de disoluciones de 1000 mg/L del almacén del laboratorio, para los análisis del día. Se recomienda se prepare en una matriz de 3% de ácido nítrico para conservar la estabilidad de los elementos en disolución, por 1 o 3 semanas dependiendo de su almacenaje, manejo adecuado y consumo.
- Los siguientes elementos se recomiendan para preparar cada disolución de trabajo para los análisis del día.
  - **Disolución 1:** Cu, Cr, Ni, Fe, Co, Cd, Zn.
  - **Disolución 2:** Cd, Zn
  - **Disolución 3:** As, Se[11]
  - **Disolución 4:** Ag[12]
  - **Disolución 5:** Pb
  - **Disolución 6:** Hg
  - **Disolución 7:** Sb, Mo, V, Be, Ba
  - **Disolución 8:** Ca, Mg, Na y K

**[11].** Estos elementos no deben mezclarse entre sí, al preparar disoluciones estándar
**[12].** Disolución 8: Th

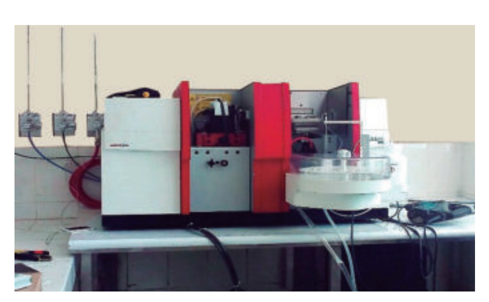


**Figura 59.** Espectrofotómetro de absorción atómica con horno de grafito.

## 10.6.1. Espectrofotometría de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-AES)

ICP-AES, mostrado en la Figura 61, es una técnica de medición que utiliza el espectro emitido por los átomos libres o iones generados dentro de la fuente como un plasma acoplado inductivamente para la medición de magnitudes químicas [10] de elementos químicos.

Es importante considerar que:

- La energía necesaria para que un electrón abandone un átomo es conocida como energía de ionización y es específica para cada elemento químico.
- Cuando un electrón se mueve de un nivel de energía a otro dentro del átomo, se produce la emisión de un fotón con energía E.
- Los átomos de un elemento emiten una línea espectral característica.
- La longitud de onda (λ) de una línea espectral es inversamente proporcional a la diferencia de energía que hay entre los niveles iniciales y finales involucrados en la transición de un electrón de un nivel energético a otro, mediante la Ecuación de Planck:

$$E = hc/\lambda$$

### Donde:

**E =** Diferencia de energía entre los dos niveles.
**h =** Constante de Planck.
**λ =** Longitud de onda
**c =** Velocidad de la luz.

**[10].** Puede utilizar guantes de algodón o de polietileno

- Los espectrofotómetros separan, ordenan y registran la longitud de onda de cada elemento químico a medir.
- Bajo condiciones idénticas en dos muestras idénticas la intensidad de luz emitida de una longitud de onda es proporcional a la concentración de masa.




**Figura 60.** Espectrofotometría de emisión atómica con plasma acoplado inductivamente (ICP-AES).

### 10.6.2. Horno de grafito

Se recomienda realizar la verificación del horno de grafito antes de comenzar a trabajar. Esta verificación se sugiere sea realizada con una disolución de referencia como: NIST-SRM 1643 (National Institute of Standards and Technology Standard Reference Materials), preparela de acuerdo con el analito que desea analizar consultando la tabla del manual de su instrumento.

Para conocer a que concentración se debe preparar, se recomienda que la disolución sea preparada en ácido nítrico a no más del 0,2% para conservar el analito en disolución, al menos una semana. Consulte su manual, en la sección de verificación del instrumento o en su defecto al proveedor del instrumento.

- Para el desarrollo de método basarse en las recomendaciones del manual de métodos del equipo.
- Realizar estudios de temperatura en los diferentes pasos del programa de atomización y probar los diferentes modificadores de matriz recomendados por el manual o literatura.
- Correr una muestra y comparar los resultados con los obtenidos con el material de referencia.
- Correr una muestra adicionando una cantidad conocida de material de referencia con una concentración alta.

- Recomendaciones durante el uso del horno de grafito
- No usar durante la digestión o preparación de la muestra $H_3PO_4$ y HCl, es mejor emplear $HNO_3$.
- Cuando prepare sus muestras asegúrese que no tienen una concentración mayor de ácido nítrico del 0,2%, esto con la finalidad de proteger el tubo de grafito y mejorar la precisión de los resultados.
- No inyectar más de 40 mL de muestra en el horno de grafito.
- Se recomienda utilizar automuestreador en el sistema para mejorar la precisión de los resultados, si esto no es posible, se recomienda sistematizar la manera de inyectar la muestra, es decir, tratar de inyectarla siempre en la misma posición. Esto último, dependerá de la habilidad del analista.
- Al utilizar el automuestreador programarlo para que tome las disoluciones en el siguiente orden: blanco, modificador de matriz y muestra. Este orden también es aplicable al inyectar la muestra manualmente.

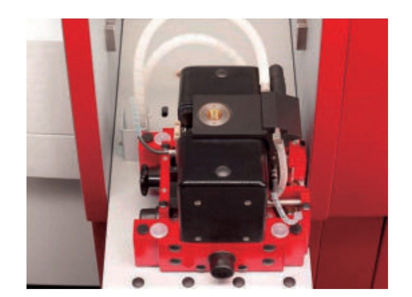


**Figura 61.** Sección del horno de grafito.

Al realizar una validación de un método es importante recordar que es la búsqueda de un valor de una magnitud llamada el mensurando.

## 1. Mensurando

Un ejemplo de mensurando que puede ser medido a través de las técnicas de medición de EAA e ICP-AES se describe en la Tabla de Trazabilidad de las Mediciones Analíticas, Anexo 1.

Los evaluadores deben solicitar a los laboratorios la identificación clara y precisa de los mensurandos sujetos al alcance de la acreditación incluidos en los métodos de medición que utilizan las Técnicas de Medición objeto de este manual (Anexo 1).

En la elaboración de los informes de resultados de ensayo, en caso de que los métodos de ensayo o los clientes requieran la expresión del mensurando en unidades diferentes a las del SI, se debe reportar el resultado en las Unidades SI y a su vez en las unidades equivalentes como parte del Informe de Resultados.

**Ejemplo:**

**X mg/L (Y lbs/1000 barriles)**

## Intervalo de trabajo de los métodos de medición

Los evaluadores deben verificar los intervalos de trabajo de los métodos de medición que emplean las técnicas de EAA e ICP-AES, solicitando la documentación que proporcione evidencia de la determinación del intervalo de trabajo de los métodos de medición por parte del laboratorio. El intervalo de trabajo debe estar basado en la validación parcial o completa del método y debe ser coherente con la aplicación del resultado del ensayo.

El intervalo de trabajo de los métodos de medición debe tomar en cuenta los límites máximos permisibles o las especificaciones de la Norma a la que se evalúe su conformidad, las especificaciones de procesos que se estén evaluando o los requerimientos de los clientes del laboratorio, los cuales idealmente deben estar en la sección media del intervalo de trabajo. Por ejemplo: Si el límite máximo permisible de Pb en agua potable es de 0,01 mg/L, el intervalo de trabajo ideal es de 0,002 a 0,05 mg/L.

## Incertidumbre

Los evaluadores deben verificar la estimación de incertidumbre de los métodos de medición que emplean las técnicas de EAA e ICP-AES, solicitando la documentación que proporcione evidencia de la estimación de incertidumbre por parte del laboratorio.

Para el caso de las acreditaciones iniciales, ampliaciones, actualizaciones de métodos de ensayo o renovaciones hacia la ISO/IEC-17025:2017, el laboratorio deberá iniciar su proceso de estimación de incertidumbre en la validación parcial del método y tener un plan de implantación de acuerdo al capítulo 4, inciso 4.2.3 de las Políticas Referentes a la Trazabilidad e incertidumbre de mediciones de la INACAL a través de la DA.acr.20D: “Directriz para Validación de Métodos de Ensayo” (INACAL, 2017), para cuantificar todos aquellos componentes de incertidumbre que contribuyan significativamente a la incertidumbre final de la medición.

## Sistema de Medición

El evaluador debe solicitar una descripción suficiente de los elementos del sistema de medición, que emplean las técnicas de EAA e ICP-AES que influyan sobre la trazabilidad y el valor de la incertidumbre de la medición.

Ejemplo de elementos del sistema de medición de plomo en agua residual:

- Balanza analítica calibrada
- Material volumétrico verificado
- Material de Referencia Certificado (MRC)
- EAAF
- Ácido nítrico PA o ACS

## 2. Método y procedimiento de medición

El evaluador debe verificar que los procedimientos de medición tales como procedimientos internos, instructivos, protocolos, entre otros estén conformes con las especificaciones de desempeño de los métodos de medición del alcance de la acreditación. Para los métodos propios ver capítulo de validación.

Los materiales de la etapa de submuestreo, que es la toma de muestra para el posterior análisis en el laboratorio, más utilizados son:

- Balanza
- Material volumétrico
- Temperatura en digestiones abiertas en la medición de elementos volátiles.
- Calidad de reactivos en bajos niveles de concentración de masa
- Método de digestión y o extracción
- Material volumétrico
- Manual de referencia certificado
- Controles de calidad, en caso aplicable como blancos, muestras de control de calidad, duplicadas y adicionadas.
- Para la curva de calibración, material volumétrico y algoritmo empleado en la calibración.
- Confirmación metrológica de balanzas y demás instrumentos en donde aplique.

Como se observó al inicio del manual de buenas prácticas del laboratorio respecto a la espectrofotometría UV/VIS y absorción atómica, existen otros métodos analíticos de relevancia que a continuación se describen para conocimiento y entendimiento de las determinaciones y búsqueda de medidas óptimas para una posterior validación del método utilizado.

## 10.7. CROMATÓGRAFO DE LÍQUIDOS DE ALTA RESOLUCIÓN

En la cromatografía de líquidos existen diferentes factores que se deben tomar en cuenta para poder obtener los resultados experimentales confiables, aquí solamente mencionaremos algunos aspectos en forma general:

- Los contaminantes en la fase móvil son algunos de los problemas que se presentan en la elusión por gradiente. En la línea base pueden aparecer señales de acuerdo con el nivel de concentración de los contaminantes presentes.

- El agua es la fuente más común de contaminación en análisis de fase inversa. Se recomienda utilizar agua destilada o agua desionizada en la preparación de fases móviles. Es importante mencionar que varios desionizadores comunes introducen contaminantes orgánicos dentro del agua, por lo que es necesario evaluar la calidad del agua obtenida. Para evitar ello, el agua desionizada se purifica a través de carbón activado o en por un cartucho que contenga una fase sólida de extracción como C18.

- El uso de ciertas disoluciones acuosas amortiguadoras de pH, promueven el crecimiento de algas o bacterias. Las disoluciones deberán desecharse cuando estén turbias. La adición de ciertos inhibidores puede prevenir el crecimiento de microorganismos, un ejemplo puede ser el uso de azida de sodio para las disoluciones amortiguadoras acuosas, o mezclarlos con algún disolvente orgánico tal como acetonitrilo.

- El reciclamiento de la fase móvil, que se utiliza en separaciones isocráticas, prolonga la vida de la columna y reduce costos por el uso de disolventes. No obstante, se debe evaluar la calidad de la fase móvil previo al análisis.

- En caso de utilizar registradores o integradores manuales, se recomienda ajustarlos para compensar el incremento gradual de la línea base, que normalmente resulta.

- Los componentes volátiles pueden evaporarse, especialmente cuando la fase móvil es reciclada o continuamente desgasificada, lo cual provoca un cambio en la composición de la fase móvil.

- El mantenimiento de los registros es importante y no debe olvidarse.

- Las columnas deben evaluarse cuando se utilizan por primera vez y de igual forma, deberá registrarse los resultados que se obtengan. Asimismo, a cierto tiempo, el funcionamiento de las columnas deberá evaluarse dependiendo de su uso. Para evaluar el funcionamiento de la columna se recomienda utilizar un material de referencia.

- Mantener un historial por escrito de la eficiencia de la columna, de la fase móvil utilizada, de la lámpara en uso del funcionamiento de las bombas, así como el monitoreo de estos parámetros a través del sistema.

- Las fugas son problemas comunes en sistemas de este tipo de cromatografía.
- Para minimizar las fugas en el sistema, es recomendable no intercambiar partes y conexiones de diferentes fabricantes. Si los cambios son necesarios utilice adaptadores y revise continuamente todas las conexiones.
- Sales altamente concentradas >0,2 M y las fases móviles cáusticas, pueden reducir la eficiencia del sello de la bomba.
- En algunos casos, el uso prolongado de reactivos con par iónico tiene efecto lubricante sobre los pistones de las bombas que pueden producir pequeñas fugas.
- Antes de utilizar una bomba bajo condiciones adversas, lea las especificaciones del fabricante del instrumento.
- Utilizar pre-columnas, su uso es más general en cromatografía iónica. Para conectar una columna, primero se debe limpiar la entrada, desconectarla e invertirla, conectarla y pasar el disolvente con un flujo de 1-2 mL/min.
- Alrededor de 100 mL de disolvente son suficientes para desalojar pequeñas cantidades de material en el eliminador de entrada.



**Figura 62.** Cromatógrafo de líquidos de alta resolución.

## 10.8. CROMATÓGRAFO DE GASES

Es esta sección se dan sugerencias de buenas prácticas de laboratorio y de medición generales para la técnica de cromatografía de gases.

- Elegir el gas acarreador adecuado, en orden de importancia se prefiere elegir $H_2$ > $H_e$ > $N_2$ > Ar. Asimismo, es necesario considerar la pureza de los gases y utilizar trampas de humedad y oxígeno.

- No usar tubería de plástico para las instalaciones de gases.
- Cuando se detecten fugas del gas acarreador en las líneas dentro del cromatógrafo, no es conveniente usar disoluciones a base de detergentes, que al secarse dejen residuos que contaminen.
- Elegir la velocidad de flujo más adecuada, recordar que las velocidades de flujo altas disminuyen la interacción de la muestra, tanto en la fase móvil como en la estacionaria, impidiendo la buena resolución de picos.
- La selección de la temperatura para el acondicionamiento de las columnas depende de la temperatura de operación del cromatógrafo y los límites de temperatura de uso para la columna.
- Para acondicionar la columna se recomienda desconectarla del detector para evitar la condensación de la fase líquida en el mismo y también la acumulación de impurezas en el detector.
- En las columnas nuevas antes de empezar a calentar se recomienda purgar por cinco minutos con gas acarreador, para eliminar cualquier traza de oxígeno adsorbido y así evitar su deterioro.
- Para cortar columnas capilares utilice un cortador de diamante o carburo, no se recomienda romper la columna al hacer el trazo.
- Elegir el tipo de férula adecuada para la columna que se va a instalar de acuerdo con la medición que se va a realizar.
- En el inyector es importante revisar el inserto, la septa, los sellos críticos para evitar fugas.
- La limpieza de la jeringa para la inyección de la muestra es un punto crítico, antes y después de utilizarla es necesario limpiarla con el disolvente de trabajo.
- No es recomendable calentar la jeringa a más de 50 °C ya que las diferencias de expansión del vidrio y del émbolo pueden causar fracturas.
- Si utiliza éter etílico como disolvente, se recomienda enfriar la jeringa antes de utilizarla.
- El detector también es una parte fundamental en la cromatografía de gases y es necesario acondicionarlo previo al análisis. Por lo que se recomienda revisar las conexiones del detector y el jet de ser de necesario. Es necesario hacer uso de los gases y establecer los flujos adecuados para el detector que se vaya a utilizar. La limpieza es importante y por lo tanto es necesario verificarla.

- Previo al análisis de la muestra es recomendable evaluar que el funcionamiento del equipo. Para ello se recomienda verificarlo con un material de referencia o de control adecuado para el tipo de compuestos a analizar.

- Para la medición de los componentes de la muestra, es necesario realizar la calibración y para ello se requiere utilizar materiales de referencia.

- Realice un programa de limpieza de detectores e inyectores, por ejemplo, para la limpieza del detector de ionización de flama se puede inyectar algún disolvente una o dos veces al día mientras la flama éste encendida, consultando las sugerencias en su manual de operación.

- Hay que considerar que la temperatura del medio ambiente afecta la estabilización de la temperatura del horno, por ende, evitar cambios bruscos de la temperatura ambiente.

- Es recomendable consultar el manual de operación para el correcto funcionamiento del equipo.



**Figura 63.** Cromatógrafo de gases.

## 10.9. ÍNDICE DE REFRACCIÓN

- Cuando se utiliza el refractómetro limpie la superficie del prisma con unas pocas gotas de etanol y una toalla especial para limpiar lentes.

- ¡PRECAUCIÓN!: Las superficies del prisma se rayan fácilmente. No toque estas superficies con algo duro, tal como un gotero, la punta de una varilla de vidrio o una espátula de metal. Límpielos generosamente con una toalla haciéndolo de una manera rápida pero suave.

- Cuando determine el índice de refracción mueva la línea divisoria entre las áreas claras y oscuras exactamente al centro de la cruz, lea el valor del índice de refracción y registre la temperatura.

- Aplicar el factor de corrección cuando hay diferencia de temperaturas. Limpie las superficies del prisma cuando termine.

## 10.10. ESPECTROMETRÍA DE INFRARROJO

Para utilizar el espectrómetro de infrarrojo se deberán seguir las siguientes indicaciones:

- El material de referencia comúnmente usado para la verificación de este equipo es una película de poliestireno.
- Se debe calibrar el aparato siempre que se someta a vibraciones.
- Las celdas de NaCl y KBr deben mantenerse en desecadores debido a que son altamente higroscópicas.
- Se deben pulir las celdas cada vez que presenten ralladuras.
- Revisar continuamente los empaques utilizados en los porta muestras de plomo, teflón o plata.
- Mantener la sal de KBr en el desecador y antes de utilizarla en la preparación de pastillas mantenerla en la estufa.
- Evitar tocar con las manos las pastillas y celdas para no contaminarlas.
- Después de cada análisis limpiar las celdas con acetona y desechar las pastillas.
- Cuando se analizan varias muestras se recomienda analizar el material de referencia cada 10 muestras como material de referencia de control.
- Utilizar siempre el blanco antes de leer las absorbancias de las muestras con la finalidad de realizar la corrección de las muestras.

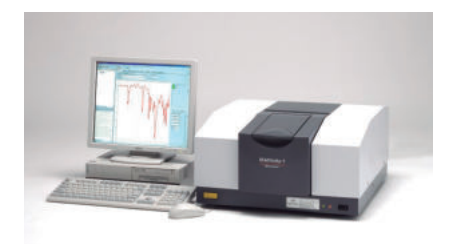


**Figura 64.** Espectrómetro de infrarrojo.





# XI

## CALIFICACIÓN DE EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN ANALÍTICA (CEIMA)

CAPÍTULO XI

# CALIFICACIÓN DE EQUIPOS E INSTRUMENTOS DE MEDICIÓN ANALÍTICA (CEIMA)

...

Las magnitudes de influencia y las fuentes de incertidumbre se detallan en la Tabla de trazabilidad de las mediciones analíticas, en el Anexo 1.

El evaluador debe solicitar evidencia de cómo el laboratorio realiza la evaluación de los blancos de reactivos para determinar si se deben restar de los valores de las muestras o se deben utilizar como criterios de aceptación y rechazo de los lotes analíticos. Dicha interpretación depende del método de ensayo que se utilice y debe estar fundamentado en dicho método o si no está explícito en el método, no se deben restar los blancos de reactivos.

## 11.1. COMPETENCIA TÉCNICA DEL ANALISTA

El evaluador debe solicitar los registros sobre la competencia técnica del analista anteriormente llamado prueba inicial de desempeño del analista, que incluyan al menos datos sobre su sesgo, recuperación, repetibilidad, límite de cuantificación, límite de detección del método, recuperación y adicionalmente si es posible, los resultados de su participación en pruebas intralaboratorio o interlaboratorio.

El evaluador debe solicitar al laboratorio: los registros que demuestran la competencia técnica de los analistas que realizan la medición, los criterios de aceptación y rechazo, así como las evidencias de los resultados obtenidos de los analistas basados en las especificaciones del método. En caso de que el método no cuente con dichas especificaciones y para demostrar la competencia técnica del analista, se aplica el siguiente criterio de aceptación para una recuperación, una variación máxima de 100 ± 20% y para repetibilidad un máximo de 20% desviación estándar relativa (DSR) para muestras sintéticas que tengan una concentración de masa localizada en la sección media del intervalo de trabajo del método de medición.

## 11.2. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA Y CALIFICACIÓN DE EQUIPOS

- En la práctica, la selección de un instrumento de medición se inicia delimitando su uso previsto y definiendo sus características metrológicas requeridas para obtener mediciones confiables. Se selecciona entonces un instrumento de medición mediante la comparación de estas características metrológicas y las declaraciones del fabricante.
- Es importante que los instrumentos de medición se mantengan bajo control con la finalidad de evaluar su desempeño y cumplir con los requisitos de la NTP ISO/IEC 17025:2017 que requieren los laboratorios de ensayo. La evidencia de contar con instrumentos calibrados con patrones nacionales e internacionales y con mantenimientos preventivos y/o correctivos, hacen que los resultados sean de calidad.
- La presentación de evidencia se realiza mediante los resultados de los procesos de la Confirmación Metrológica (CM) y la calificación de equipo de instrumentos analíticos (CEIMA).
- El proceso de CM se aplica a los instrumentos que se emplean en mediciones físicas y que se calibran externamente por medio de laboratorios de calibración acreditados. Este proceso muestra que el equipo es adecuado para el uso propuesto. El proceso de CEIMA se debe aplicar a todos los instrumentos de medición analítica.

## 11.3. CONFIRMACIÓN METROLÓGICA (CM)

- Las Características Metrológicas del Equipo de Medición (CMEM) son factores que contribuyen a la incertidumbre de la medición. Las CMEM permiten realizar la comparación directa con los Requisitos Metrológicos del Cliente (RMC) para establecer la Confirmación Metrológica (CM).
- Los RMC en este sentido se refieren normalmente a los requerimientos del método de ensayo acreditado para satisfacer las necesidades del cliente del laboratorio, en cuanto al desempeño y especificaciones de los equipos a utilizarse.
- El evaluador debe solicitar la documentación que contenga los requisitos metrológicos del cliente considerados en el proceso de confirmación metrológica.
- El evaluador debe solicitar la documentación que contenga las características metrológicas del equipo de medición consideradas en el proceso de confirmación metrológica.
- El evaluador debe solicitar los registros de la verificación metrológica.

- El evaluador debe solicitar las evidencias y documentos usados para determinar los intervalos de CM y verificar que los mismos intervalos de la CM estén basados en los datos obtenidos en el historial de las confirmaciones metrológicas.
- Los intervalos de CM deben ser revisados y ajustados a las necesidades de aseguramiento continuo con los RMC. Los intervalos de calibración y de CM pueden ser iguales.
- Él evaluador debe solicitar evidencia de que la confirmación metrológica (CM) sea realizada cada vez que el instrumento sea reparado, ajustado o modificado.
- En el Anexo 3 se encuentra un ejemplo de confirmación metrológica, incluye el diagrama del proceso de la confirmación metrológica y tablas que muestran los RMC básicos de algunos instrumentos de medición para realizar el proceso de Confirmación Metrológica.

En el caso de los siguientes componentes de los sistemas de medición son los empleados en las técnicas del presente manual de laboratorio:

- Debe seguir los lineamientos de la CM para los termómetros, así como para las balanzas analíticas que se utilicen para pesar muestras y materiales de referencia.
- Debe seguir los lineamientos de la CM para el material volumétrico que se utilice para la preparación de los materiales de referencia como disoluciones de trabajo, salvo que dichas disoluciones sean preparadas gravimétricamente.
- Cuando no aplica la calibración del material volumétrico indicado en el glosario, se deberán solicitar registros de los controles que demuestren la verificación sistemática del mismo con referencia a las especificaciones del fabricante.
- Adicional a la CM, el evaluador debe solicitar al laboratorio los procedimientos empleados y registros como cartas de control, registros, entre otros de los controles implementados en los equipos de medición con objeto de asegurar la vigencia de la confirmación metrológica y que los equipos estén dentro de los requerimientos de ésta.

## 11.4. CONCLUSIONES

- Cualquier instrumento puede ser clasificado de acuerdo con sus funciones, limitaciones y posibilidades de modificación. Estas cualidades toman una importancia primordial con relación a un instrumento de medición cuyas indicaciones deberán aceptarse como verdaderas. Es obvio que las manipulaciones y procedimientos de operación prescritos por el fabricante producirán ordinariamente, los resultados especificados bajo las condiciones estipuladas.

- Pero también se ha implicado que una característica distintiva de los procesos instrumentales es que todos requieren algún tipo de calibración inicial o continua. Por esta razón un análisis dado, realizado instrumentalmente en una o dos muestras puede resultar más laborioso y es posible que no proporcione más información que cuando se hace siguiendo método químico clásico.

- Finalmente, un punto primordial en el buen diseño y en la selección del instrumento más apropiado para un estudio dado es la simplicidad. Ordinariamente, el instrumento más simple que tiene la sensibilidad, exactitud y características de funcionamiento deseadas será la mejor selección. Su operación será menos complicada, se tendrán menos componentes que acarreen dificultades, las respuestas falsas del instrumento se notarán más fácilmente y se descubrirá su causa con mayor rapidez, se simplificará el mantenimiento y con frecuencia el coste será inferior. En el uso y diseño de instrumentos, así como en investigaciones, la medición se alcanza mejor dando énfasis a la simplicidad.





# XII

## CONTROL Y MANEJO DE REGISTROS

CAPÍTULO XII

# CONTROL Y MANEJO DE REGISTROS

...

## 12.1. GENERALIDADES

Un registro es un documento que provee evidencias objetivas de las actividades ejecutadas o resultados obtenidos.

La evidencia objetiva se considera a la información que puede ser probada como verdadera, basada en hechos obtenidos por medio de observaciones, mediciones, pruebas u otros medios.

Se deben tomar en cuenta las siguientes indicaciones:

- Se deben escribir todos los registros con tinta indeleble.
- Hacer modificaciones en un registro, haciendo un cruce simple a través del registro incorrecto, añadir las anotaciones correctas, firmar con iniciales la corrección y si es relevante añadir una corta explicación.
- No utilizar correctores líquidos.
- No escribir con lápiz, ni borrar los registros incorrectos.
- No escribir en hojas sueltas ni eliminar hojas o datos.

## 12.2. MANEJO DE REGISTROS

Se deberá crear un sistema de manejo de registros para generar, usar, cambiar, presentar y controlar los registros, el cual debe incluir:

- La permanencia, atribución y seguridad en el registro de información.
- Todos los registros deben ser fechados y firmados por la persona que los hizo.
- Debe tenerse un lugar adecuado para almacenar y controlar todos los registros generados.
- Los registros se manejan de acuerdo con el procedimiento Control de Registros P-SGC022

Dentro de los registros que podemos considerar se tienen: Cartas de Control, certificados de los Materiales de Referencia Certificados, reportes de análisis y de auditorías. Cada laboratorio es responsable de determinar los grupos de registros.

Se debe considerar un sistema de registros para la recepción de muestras en el laboratorio, su entrega y almacenamiento después de haber sido analizadas.

## 12.3. BITÁCORAS

Es necesario llevar un cuaderno bitácora de registros que sea utilizado por el analista para su propia referencia. A continuación se detallan algunas sugerencias:

- El cuaderno debe ser empastado y sus páginas numeradas consecutivamente.
- Se debe establecer un sistema de control de bitácoras, numerar cada una en la portada o el lomo y mantener un archivo con el número respectivo, la fecha de entrega y el nombre de la persona responsable, fecha de devolución y su ubicación en la biblioteca o archivo.
- La responsabilidad del control de la bitácora debe estar a cargo de una persona, que puede ser el gerente de aseguramiento de calidad.
- Se deberá escribir el nombre del analista, la sección del laboratorio que cubre su trabajo, fecha y hora.
- Se deberá resumir en él los aspectos más importantes del análisis.
- En las bitácoras de equipo se recomienda que se escriba: nombre del equipo, modelo, número de serie, datos del proveedor, fecha de compra, especificaciones técnicas, fecha de inicio de servicio y ubicación en el laboratorio.
- Así mismo se indican los datos de la frecuencia con la que se tienen que llevar a cabo las calibraciones, mantenimiento preventivo y otros servicios del equipo.
- Se deben hacer anotaciones cada vez que se realice un servicio de mantenimiento o calibración, partes cambiadas y todas las anotaciones que se consideren pertinentes para el equipo, esta bitácora debe estar todo el tiempo a un lado del equipo, y transferirse junto con el cuándo se cambie su ubicación.
- Se debe efectuar una revisión periódica de las bitácoras de los equipos para determinar si el equipo ha recibido el mantenimiento adecuado y si se ha comportado satisfactoriamente.
- Esta revisión puede efectuarse por el encargado del equipo y aprobada por su jefe inmediato superior.

## 12.4. MANEJO Y REGISTRO DE REACTIVOS

Es necesario llevar un cuaderno bitácora de registros que sea utilizado por el analista para su propia referencia. A continuación se detallan algunas sugerencias:

- Todos los reactivos químicos usados deben ser al menos “grado analítico”.
- Se deben conocer las propiedades físicas, químicas y de toxicidad de los reactivos para saber cómo manejarlos.
- Mantener los contenedores de los reactivos bien cerrados.
- Regresar inmediatamente los reactivos al sitio designado y no dejarlos en el lugar de trabajo.
- Al utilizar los reactivos químicos, se deben usar botellas apropiadas, no regresar el reactivo sobrante ni introducir pipetas sucias.
- Se debe vaciar la cantidad necesaria de reactivo en otro contenedor de vidrio limpio y tome directamente de él.
- Se debe tener un registro de reactivos en el que se describa la marca, fecha de recepción y fecha de terminación.
- Se deben etiquetar los reactivos indicando la fecha de recepción, fecha en que se abre por primera vez en el laboratorio y fecha de caducidad.
- Si el reactivo sufre alteraciones en sus propiedades a través del tiempo indicarlo en una etiqueta por separado.
- Se debe inspeccionar periódicamente el estado de los reactivos en el laboratorio para verificar señales de deterioro y tomar las medidas adecuadas en caso de transformación química.

## 12.5. DISOLUCIONES REACTIVAS

Este tipo de disoluciones se refiere a las que se preparan en el laboratorio.

- Deben presentar fecha de caducidad, que no debe ser mayor a 3 meses para disoluciones valoradas y de 6 meses para disoluciones no valoradas a partir de su fecha de preparación.
- Estas disoluciones deben etiquetarse con la fecha de preparación, identificación, concentración, fecha de caducidad y el analista que lo preparó. Se recomienda establecer un código de colores para la identificación visual para los diferentes tipos de disoluciones.

## 12.6. SOLVENTES

Este tipo de disoluciones se refiere a las que se preparan en el laboratorio.

- Los solventes usados deben ser de una pureza consistente con el análisis, esto es, “grado espectroscópico” o “grado cromatográfico”.
- Mantener las botellas de los solventes bien cerrados y no regresar el solvente remanente a la botella para evitar contaminación.

# BIBLIOGRAFÍA

...

EMA, Entidad Mexicana de Acreditación. 2008. Guía Técnica sobre Trazabilidad e Incertidumbre en las Mediciones Químicas que emplean las técnicas Espectrofotometría de Absorción Atómica y de Emisión Atómica con Plasma Acoplado Inductivamente. México.

INACAL, (Instituto Nacional de Calidad). NTP 399.010-1:2004. SEÑALES DE SEGURIDAD. Colores, símbolos, formas y dimensiones de señales de seguridad. Parte 1: Reglas para el diseño de las señales de seguridad. Disponible en:
**http://www.pqsperu.com/Descargas/HSE/399.010-1.pdf**

INACAL, (Instituto Nacional de Calidad). NTP-ISO/IEC 17025:2017. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.

INACAL, (Instituto Nacional de Calidad). DA-acr-20D:2017. Directriz para la validación de métodos de ensayo. Versión 00. Disponible en:
**https://www.inacal.gob.pe/repositorioaps/data/1/1/4/jer/documentosespecificos/files/Directrices%2FDA-acr-20D-DIRECTRIZ.PARA.LA.VALIDACION.DE.METODOS.DE.ENSAYO(1).pdf**

Mendoza, R.B. y Espinoza, A. (2017). Guía técnica para muestreo de suelos. Disponible en:
**https://www.minam.gob.pe/wp-content/uploads/2014/04/GUIA-MUESTREO-SUELO_MINAM1.pdf**

MINAM (2014). Guía para muestreo de suelos. Disponible en:
**http://www.minam.gob.pe/wpcontent/uploads/2014/04/GUIA-MUESTREO-SUELO_MINAM1.pdf**

Vázquez, J.C. (2019). La delgada línea de la discriminación: una visión desde los procesos de selección de personal. Disponible en:
**https://www.polemos.pe/la-delgada-linea-ladiscriminacion-una-vision-desde-los-procesos-seleccion-personal/**

Norma Oficial Mexicana, NOM-CCA-016-ECOL/1993. Límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales a cuerpos receptores provenientes de la industria de bebidas gaseosas.
**Disponible en: http://diariooficial.gob.mx/nota_detalle.php?codigo=4794031&fecha=18/10/1993 (Publicado, 28 de junio del 1993).**

Norma ISO/REMCO. Comité de referencia de materiales N° 262 E/F, 1994.

Norma Oficial Mexicana, NMX-BB-86-1982. Utensilios y recipientes volumétricos de vidrio para laboratorio- Especificaciones.

# ANEXO 1:
# PREPARACIÓN DE LA MEZCLA DE PEROXIDISULFATO DE AMONIO

...

**A.** Disolver 36 g de peroxidisulfato de amonio en 2,2 L de ácido sulfúrico concentrado.

**B.** Esta mezcla es un oxidante potente el cual ataca, piel, suciedad y grasa por lo que es necesario trabajar en campana de extracción.

**C.** Recordar que el ácido sulfúrico es altamente corrosivo, tóxico y que la disolución en agua es exotérmica. La preparación de la mezcla debe realizarse en campana de extracción y evitarse el contacto con agentes reductores y materiales orgánicos; es irritante a los ojos, al sistema respiratorio y a la piel. Al preparar la disolución es necesario utilizar mascarilla y guantes.

**Tabla 8.** EValores de z.

| Temperatura (°C) | Presión barométrica (mm de Hg) | | | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 450 | 470 | 490 | 510 | 530 | 550 | 590 | 600 | 660 | 700 | 760 | 780 |
| 19,0 | 1,002226 | 1,002254 | 1,002282 | 1,00231 | 1,002338 | 1,002366 | 1,002366 | 1,002450 | 1,002536 | 1,002592 | 1,002675 | 1,002703 |
| 19,5 | 1,002341 | 1,002369 | 1,002397 | 1,002425 | 1,002453 | 1,002481 | 1,002481 | 1,002565 | 1,002629 | 1,002685 | 1,002768 | 1,002796 |
| 20,0 | 1,002433 | 1,002461 | 1,002489 | 1,002517 | 1,002545 | 1,002573 | 1,002573 | 1,002657 | 1,002725 | 1,002780 | 1,002864 | 1,002892 |
| 20,5 | 1,002534 | 1,002562 | 1,00259 | 1,002618 | 1,002646 | 1,002674 | 1,002674 | 1,002758 | 1,002823 | 1,002879 | 1,002962 | 1,002990 |
| 21,0 | 1,002636 | 1,002664 | 1,002692 | 1,00272 | 1,002748 | 1,002776 | 1,002776 | 1,00286 | 1,002924 | 1,002980 | 1,003063 | 1,003091 |
| 21,5 | 1,0002741 | 1,002769 | 1,002797 | 1,002825 | 1,002853 | 1,002881 | 1,0002881 | 1,002965 | 1,003028 | 1,003083 | 1,003166 | 1,003194 |
| 22,0 | 1,002845 | 1,002873 | 1,002901 | 1,002929 | 1,002957 | 1,002985 | 1,002985 | 1,003069 | 1,003134 | 1,003190 | 1,003272 | 1,003300 |
| 22,5 | 1,002955 | 1,002983 | 1,003011 | 1,003039 | 1,003067 | 1,003095 | 1,003095 | 1,003179 | 1,003243 | 1,003298 | 1,003381 | 1,003409 |
| 23,0 | 1,003068 | 1,003096 | 1,003124 | 1,003152 | 1,003180 | 1,003208 | 1,003208 | 1,003292 | 1,003354 | 1,003410 | 1,003492 | 1,003520 |
| 23,5 | 1,003068 | 1,003211 | 1,003239 | 1,003267 | 1,003295 | 1,003323 | 1,003323 | 1,003407 | 1,003468 | 1,003523 | 1,003606 | 1,003633 |
| 24,0 | 1,003183 | 1,003325 | 1,003353 | 1,003381 | 1,003409 | 1,003437 | 1,003437 | 1,003521 | 1,003585 | 1,003640 | 1,003722 | 1,003750 |
| 25,0 | 1,003540 | 1,003568 | 1,003596 | 1,003624 | 1,003652 | 1,003680 | 1,003680 | 1,003764 | 1,003825 | 1,003880 | 1,003962 | 1,003989 |
| 25,5 | 1,003654 | 1,003682 | 1,00371 | 1,003738 | 1,003766 | 1,003794 | 1,003794 | 1,003878 | 1,003949 | 1,004003 | 1,004085 | 1,004113 |
| 26,0 | 1,003788 | 1,003816 | 1,003844 | 1,003872 | 1,00390 | 1,003928 | 1,003928 | 1,004012 | 1,004075 | 1,004129 | 1,004211 | 1,004239 |
| 26,5 | 1,003918 | 1,003946 | 1,003974 | 1,004002 | 1,004030 | 1,004058 | 1,004058 | 1,004142 | 1,004203 | 1,004258 | 1,004340 | 1,004367 |
| 27,0 | 1,004051 | 1,004079 | 1,004107 | 1,004135 | 1,004163 | 1,004191 | 1,004191 | 1,004275 | 1,004334 | 1,004389 | 1,004470 | 1,004498 |
| 28,0 | 1,004318 | 1,004346 | 1,004374 | 1,004302 | 1,004430 | 1,004458 | 1,004458 | 1,004542 | 1,004603 | 1,004657 | 1,004739 | 1,004766 |

**Tabla 9.** Test de error en la capacidad de entrega de pipetas volumétricas.

| Capacidad normal (mL) | Límites de error | |
|---|---|---|
| | Clase A (mL) | Clase B (mL) |
| 0,5 | “0,005 | “0,01 |
| 1 | “0,008 | “0,015 |
| 2 | “0,01 | “0,02 |
| 5 | “0,015 | “0,03 |
| 10 | “0,02 | “0,04 |
| 20 | “0,03 | “0,06 |
| 25 | “0,03 | “0,06 |
| 50 | “0,05 | “0,1 |
| 100 | “0,08 | “0,15 |

*Fuente: NMX-BB-86-1982.*

**Tabla 10.** Clasificación de grupos de masas.

| Clase | Uso recomendado |
|---|---|
| **E1** | Para asegurar la trazabilidad entre el patrón nacional de masa y pesas de la clase E1 |
| **E2** | Para usarse en la calibración de inicial de pesas clase F1 y de instrumentos de exactitud clase I |
| **F1** | Para usarse en la calibración inicial de pesas F2 y de instrumentos de exactitud clase I |
| **F2** | Para usarse en la calibración inicial de pesas clase M1 y posiblemente clase M2, instrumentos de exactitud clase II y en las transacciones comerciales finas (Pesado de oro y piedras preciosas) |
| **M1** | Para usarse en la calibración inicial de pesas clase M2 y calibración periódica de instrumentos clase II |
| **M2** | Para usarse en la calibración inicial de pesas clase M3 y calibración periódica de instrumentos clase III y en transacciones comerciales. |
| **M3** | Para usarse en la calibración periódica de instrumentos clase III |

*Fuente: Elaborado con base en la Clasificación Internacional de la International Organization of Legal Metrology (OIML).*

La mayoría de las balanzas analíticas y balanzas de laboratorio se encuentran clasificadas como instrumentos clase I por lo cual tendrán que ser calibrados con la utilización de pesas clase $E_2$ o $F_1$, recomendándose el realizar la calibración con $F_1$ pero contar con un grupo de pesas $E_2$ para respaldo.

# ANEXO 2:
# MUESTREO DE AGUA RESIDUAL

...

De acuerdo con la NOM-CCA-016-ECOL/1993, se brindan las siguientes consideraciones generales:

- Utilizar recipientes de polietileno o vidrio para contener a las muestras.
- Para análisis bacteriológicos el material de los recipientes debe ser resistente a las altas temperaturas y presiones.
- Los recipientes deben tener una capacidad mínima de 1 L. En análisis bacteriológicos con capacidad de volumen menor o igual a 250 mL.
- Se pueden utilizar muestreadores manuales o automáticos.
- Se deben tomar las muestras de agua en donde existan puntos de turbulencia. Cuando no haya turbulencia se tomará en el centro de la corriente.
- En el caso de pozos y tanques elevados se debe dejar fluir el agua de 5 a 10 minutos.
- En el caso de descargas de aguas residuales que fluyan libremente en forma de chorro, la muestra se toma directamente en la descarga.
- Cuando las descargas fluyan en canales o colectores se recomienda tomar las muestras en el centro del canal o colector de preferencia en lugares donde el flujo sea turbulento.
- Se recomienda que las muestras compuestas para que representen el promedio de las variaciones de los contaminantes.
- Las muestras compuestas se obtienen mezclando muestras simples en volúmenes proporcionales al gasto o flujo de descarga medido en el sitio y momento del muestreo.
- Las muestras compuestas se deben tomar de tal manera que cubran como mínimo las variaciones de la descarga durante las 24 horas.

**Tabla 11.** Recomendaciones técnicas según tipo de análisis.

| Determinación | Material del envase | Volumen en mínimo (mL) | Tipo de almacenamiento | Tiempo máximo de almacenamiento |
|---|---|---|---|---|
| Análisis bacteriológico | Vidrio esterilizado | 100 | Refrigeración | 6 h |
| Color | Vidrio, plástico | 500 | Refrigeración | 48 h |
| Conductividad eléctrica | Vidrio, plástico | 500 | Refrigeración | 28 días |
| Demanda Bioquímica de oxígeno | Vidrio, plástico | 100 | Analizar inmediatamente o adicionar $H_2SO_4$ hasta pH 2 | 7 días |
| Fenoles | Vidrio, plástico | 500 | Refrigerar y añadir $H_2SO_4$ hasta pH 2 | - |
| Grasas y aceites | Vidrio, plástico | 1000 | Refrigerar y añadir $H_2SO_4$ hasta pH 2 | 28 días |
| Nitrógeno orgánico | Vidrio, plástico | 500 | Refrigerar y añadir $H_2SO_4$ hasta pH 2 | - |
| pH | Vidrio, plástico | - | Análisis inmediato | 2 h |
| Temperatura | Vidrio, plástico | - | Análisis inmediato | - |
| Sólidos | Vidrio, plástico | - | Refrigeración | 7 días |

# ANEXO 3:
# SEGURIDAD EN EL LABORATORIO

...

Recomendaciones generales:

**1.** Es indispensable mantener la limpieza del laboratorio en todo momento ya que esto ayuda a evitar accidentes.

**2.** Siempre se debe usar bata de trabajo, lentes de seguridad y guantes de neopreno, que proporcionan cierta protección contra derrames o salpicaduras de ácidos o sustancias corrosivas.

**3.** Es necesario conocer las sustancias que se manejan y en especial las que representan riesgos en su manejo con el propósito de tomar las precauciones pertinentes. Antes de trabajar con cualquier sustancia química se debe leer su hoja de datos de seguridad para conocer los riesgos que esto implica compatibilidad, de cómo proceder en caso de un derrame y primeros auxilios.

**4.** Evite el uso de agitadores, probetas, vasos de precipitados, tubo de ensayo y material de vidrio en general con los bordes rotos o con filos cortantes.

**5.** Cuando se rompa material de vidrio se recomienda emplear una escoba para retirar fragmentos, nunca use directamente las manos para recogerlos. Si los fragmentos de vidrio son muy pequeños, se utiliza un trapo húmedo para que se adhieran y se tira a la basura sin tratar de sacudirlo o lavarlo para usarlo de nuevo.

**6.** Cuando se derrame alguna sustancia corrosiva o ácido sobre la mesa de trabajo o el piso, límpielos inmediatamente con las disoluciones adecuadas al caso, evitando cualquier contacto del producto con la piel. Consultar su hoja de datos de seguridad.

**7.** Ponga en orden el material de trabajo y dispuesto en tal forma que no se obstruyan sus operaciones. Guarde su material siempre limpio.

**8.** Nunca coloque el material de vidrio, instrumentos u otro equipo en las orillas de las mesas o anaqueles.

**9.** Todo frasco o envase que contenga sustancias o disoluciones debe estar perfectamente etiquetado para que en todo momento pueda saberse con exactitud su contenido.

**10.** Fíjese donde apoya sus brazos sobre la mesa de trabajo. Observe que no haya sustancias o materiales que puedan causarle algún daño.

**11.** Cuando mezcle productos químicos o realice experimentos en tubos de ensayo y demás recipientes, manténgalos lejos de su cara, así evitará daños por posibles proyecciones o salpicaduras.

**12.** La dilución de sustancias corrosivas debe hacerse siempre vaciando la sustancia sobre el agua y nunca a la inversa. Las evaporaciones se hacen dentro de una campana de extracción de gases, donde el vidrio de la puerta proporcionará alguna protección.

**13.** Es conveniente usar careta frente a equipos de vidrio o dentro de una campana cuando hay un disolvente o destilación al vacío, o bien, frente a cualquier reacción donde haya posibilidad de que se rompa el material de vidrio donde haya una reacción violenta, o donde se desconoce el riesgo que pueda existir.

**14.** Cuando se transfieren volúmenes mayores de ácidos o sustancias corrosivas es recomendable el uso de gafas protectoras. Es conveniente el uso de guantes de hule o neopreno para proteger las manos.

**15.** Antes de manejar frascos, tubos de ensayo o instrumentos, séquese las manos para evitar que se deslicen de ellas.

**16.** Al manejar recipientes calientes hágalo con guantes de asbesto o amianto o bien, si son recipientes chicos, utilice pinzas de madera o de metal apropiadas para ello.

**17.** Cuando intente insertar un tubo de vidrio en el orificio de un tapón, sujete el tubo envuelto en un trapo seco mientras lo inserta ya que lo protegerá de cualquier rotura accidental del vidrio.

**18.** Cuando le caiga sobre la piel ácido o sustancias corrosivas, o bien cuando desafortunadamente se encienda su ropa recuerde siempre donde se encuentra el lavaojos o la regadera de emergencia.

**19.** Todos los productos inflamables o explosivos deben mantenerse alejados de los quemadores o fuentes de calor. Utilice nidos o placas de calentamiento si necesita calentar dichos productos, nunca a flama directa.

**20.** Evite guardar en su gabinete recipientes o trapos húmedos con productos inflamables o explosivos. Cuando sea necesario, guárdelos herméticamente cerrados, recuerde que al evaporarse forman mezclas capaces de causar un incendio o explosión.

**21.** No conecte estufas eléctricas ni otro tipo de contactos o instalaciones con las manos húmedas o paradas sobre pisos húmedos ya que esto puede ser la causa de un choque eléctrico.

**22.** Si sufre una quemadura química sobre la piel o membranas mucosas, lavase inmediatamente la zona afectada con grandes cantidades de agua.

23. Industrialmente ha dado buenos resultados aplicar hielo o sumergir la parte afectada en agua fría en quemaduras químicas de primero y segundo grado y aún quemaduras por calor, manteniéndola así mientras se soporte el frío según la magnitud de las quemaduras.

24. Cuando le caiga ácido o sustancias cáusticas a los ojos, lávelos inmediatamente con agua abundante durante 15 minutos cuando menos.

25. Durante la irrigación, y para asegurarse de que el agua llegue al globo ocular, separe los párpados con los dedos pulgar e índice. Para un mejor lavado se puede sumergir la cabeza en un recipiente con agua, utilizar un lavaojos o una pizeta, moviendo continuamente el ojo. Solicite atención médica inmediata.

26. El laboratorio debe de contar con señalamientos de seguridad en los que se indiquen las restricciones de fumar y comer, además se debe de contar con señalamientos que indiquen donde se encuentran las rutas de evacuación del laboratorio y las salidas de emergencia.

27. Mantener el cabello largo debidamente sujeto durante la estancia en el laboratorio.

28. Realizar evaluaciones periódicas del equipo de seguridad del laboratorio tales como regaderas, lavaojos y extintores.

## ANEXO 4:
## CONCEPTOS SOBRE MASA Y PESO

...

Una forma general de expresar una cantidad de sustancia presente en una muestra es el porcentaje en peso; sin embargo, no importando la técnica analítica empleada al cuantificar a un constituyente buscado, invariablemente se debe conocer el peso de la muestra. Por ejemplo, si se realiza la determinación en forma gravimétrica debe medirse también el peso del producto que contiene y en el caso de los métodos volumétricos de análisis se debe preparar disoluciones patrón a través de la pesada exacta de patrones primarios.

A partir de estos dos ejemplos sencillos, es obvio que la balanza analítica es el instrumento más importante en análisis químico, pero a pesar de ser una de las operaciones más comunes y cotidianas su comprensión no es completa.

Hay dos conceptos de gran importancia que están relacionados y que deben comprenderse claramente:

**A.** El concepto de masa.
**B.** El hecho de que un metrólogo puede hacer uso de un instrumento de medida para determinar la masa de un objeto desconocido en términos de una unidad de medición aceptada, por ejemplo, el kilogramo.

Con la finalidad de comprender de manera completa lo anterior a continuación se da algunas definiciones de términos y conceptos relacionados a la determinación de la masa de un cuerpo.

1. **Metrología legal:** disposiciones de los gobiernos para asegurar el interés de grandes sectores de la población.

2. **Masa:** la masa de un cuerpo es una medida de la cantidad de materia que contiene y es invariable. Cada objeto de acuerdo con la segunda Ley de Newton posee una propiedad denominada masa la cual aparece como una constante de proporcionalidad que relaciona a la fuerza aplicada a este cuerpo y a la aceleración resultante del mismo.

$$F = d(mv)/dt$$

**Donde:**

**m =** constante
**F =** m*a

Esto es lo que sucede con cuerpos que caen cerca de la superficie terrestre, es decir, todos los cuerpos caen hacia la tierra con la misma aceleración.

3. **Peso:** el peso de un cuerpo es una medida de la fuerza ejercida sobre él por la fuerza de atracción gravitacional de la tierra.

La masa de un cuerpo se mide por comparación de su masa con el de una masa conocida. Puesto que la fuerza de la gravedad varía con la latitud y altitud terrestre, el peso de un cuerpo es variable; sin embargo, se puede tomar como un hecho experimental que sobre un área pequeña y plana de la superficie terrestre tales como el espacio ocupado por un laboratorio de metrología, la aceleración de la gravedad, g es constante.

Basándose en lo anterior se puede afirmar que el peso es una fuerza y no una masa la cual se denota W sustituyendo la letra F por W.

$$W = mg$$

4. **Pesar:** es la acción de determinar la masa de un cuerpo a través de la comparación de su cuerpo con la de una masa conocida.

   La balanza determina masa a través de medir una fuerza W (peso), la cual es convertida a unidades de masa por medio de una constante interna de la balanza.

   **W ====> Algoritmo: $m = W/g$**

5. **Efecto del empuje del aire:** cualquier cuerpo sólido sumergido en un fluido líquido o gas sufre un empuje igual al peso del fluido que desplaza llamado Principio de Arquímedes.

6. **Masa real:** es el valor de la masa de un cuerpo en el vacío, ésta no cambia según la mecánica clásica.

7. **Masa verdadera:** Sea la masa verdadera, $MR^T$, la correspondiente a un material de referencia con densidad determinada a una densidad de referencia del aire = 1,2 mg $cm^{-3}$.

   Este valor es muy cercano a la densidad del aire a 20 °C, a 50% de humedad relativa y 760 mm Hg y una temperatura de referencia de 20 °C.

8. **Masa aparente:** La masa aparente, $MX^A$, de un objeto X es igual a la masa verdadera, $MR^T$, de suficiente material de referencia para producir una lectura en la balanza igual a aquella producida por el objeto X, si las mediciones se realizaran a una temperatura $t_0$ a una densidad del aire.

9. **Masa convencional:** La recomendación Nº 33 de las OIML, establece que el valor convencional del resultado de pesar un cuerpo en el aire es igual a la masa de un patrón, de densidad elegida convencionalmente, a una temperatura convencionalmente elegida. Los valores de estas constantes físicas incluidas en esta definición son: Temperatura de referencia: 20 °C Densidad del patrón del acero inoxidable a 20 °C:8000 kg/$m^3$.

   Densidad del aire:1,2 kg/$m^3$. La masa aparente, $M^T$, y la masa convencional, M, de un cuerpo son el resultado de pesar $^R$ este cuerpo en aire. Tanto la masa aparente como la masa convencional están relacionadas a la masa verdadera o masa en el vacío y la masa real, respectivamente.

**Masa verdadera (o masa en el vacío) del objeto X = Masa o masa real**

**$Mx^T = m$**

**Masa aparente = Masa convencional $Mx^A = m$**



Instituto Nacional de Innovación Agraria




Av. La Molina 1981, La Molina
(41 1) 240-2100 / 240-2350
www.inia.gob.pe





ISBN: 978-9972-44-076-2